UNIVERSITE DE NANCY

FACULTE DES SCIENCES

THESES

présentées à la

FACULTE DES SCIENCES DE NANCY

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR INGENIEUR

par

Robert ALBERNY

Ingénieur Civil des Mines

1ère thèse : Contribution à l'étude de la solidification dendritique du fer.

2ème thèse : Estimation des paramètres d'un modèle et analyse de sensibilité.

Soutenues le 1969 devant la Commission d'Examen.

MM. DAVOINE
TURPIN
VIGNES

TRENTINI Invité

UNIVERSITE DE NANCY

FACULTE DES SCIENCES

T H E S E S

présentées à la

FACULTE DES SCIENCES DE NANCY

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR INGENIEUR

par

Robert ALBERNY

Ingénieur Civil des Mines

1ère thèse : Contribution à l'étude de la solidification dendritique du fer.

2ème thèse : Estimation des paramètres d'un modèle et analyse de sensibilité.

Soutenues le devant la Commission d'Examen.

MM. DAVOINE
TURPIN
VIGNES

TRENTINI Invité

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

UNIVERSITE DE NANCY

FACULTE DES SCIENCES

ANNEE SCOLAIRE 1967-68

DOYEN : M. AUBRY

ASSESSEUR : M. GAY

Doyens honoraires : MM. CORNUBERT - DELSARTE - ROUBAULT.

Professeurs honoraires : MM. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JULY - LAPORTE - EICHHORN GODEMENT - DUBREUIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE - DE MALLEMANN - LONGCHAMBON - LETORT - DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER - CORNUBERT - CHAPELLE - GUERIN - WAHL.

Maîtres de conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET - Melle MATHIEU.

Professeurs

MM. DELSARTE	Analyse supérieure	MANGENOT	Botanique
ROUBAULT	Géologie	GAYET	Physiologie
VEILLET	Biologie animale	HADNI	Physique
BARRIOL	Chimie théorique	*BASTICK	Chimie
BIZETTE	Physique	DUCHAUFOUR	Pédologie
GUILLIEN	Electronique	GARNIER	Agronomie
LEGRAS	Mécanique rationnelle	NEEL	Chimie Organique Industrielle
BOLFA	Minéralogie	BERNARD	Géologie Appliquée
NICLAUSE	Chimie	*CHAMPIER	Physique
FAIVRE	Physique appliquée	*GAY	Chimie Biologique
AUBRY	Chimie minérale	STEPHAN	Zoologie
COPPENS	Radiogéologie	*CONDE	Zoologie
DUVAL	Chimie	*WERNER	Botanique
FRUHLING	Physique	EYMARD	Calcul différentiel & intégral
HILLY	Géologie	LEVISALLES	Chimie organique
LE GOFF	Génie Chimique	Mme HERVE	Méthodes Mathématiques de la physique.
SUHNER	Physique Expérimentale		
CHAPON	Chimie Biologique	FELDEN	Physique
HEROLD	Chimie Minérale Industrielle	*GOSSE	Mécanique physique
SCHWARTZ	Exploitation Minière	*DAVOINE	Physique (ENSMIN)
*MALAPRADE	Chimie	HORN	Physique (1° Cycle)
		*ROCCI	Géologie
		Mme LUMER	Mathématiques
		N...	Chimie Biologique
		N...	Mécanique appliquée

* professeur titulaire à titre personnel.

MAITRES de Conférences

Mme	BASTICK	Chimie P.C. Epinal
MM.	GUDEFIN	Physique
	VUILLAUME	Psychophysiologie
	FRENTZ	Biologie animale
	MARI	Chimie (I.S.I.N.)
	AUROUZE	Géologie
	DEVIOT	Physique du solide
	FLECHON	Physique P.C.
Melle	HUET	Mathématiques C.B.G.
	VIGNES	Métallurgie
	BALESDENT	Thermodynamique Chimique Appliquée (E.N.S.I.C.)
	BLAZY	Minéralogie Appliquée (E.N.S.G.)
	JANOT	Physique P.C. Epinal
	JACQUIN	Pédologie & Chimie agricoles
	MAINARD	Physique M.P.
	CACHAN	Entomologie appliquée (E.N.S.A.)
	MARTIN	Chimie P.C.
	PAULMIER	Mécanique Expérimentale
	PROTAS	Minéralogie
	JOZEFOWICZ	Physico-chimie
	JURAIN	Géologie C.B.G.
	RIVAIL	Chimie Appliquée (C.U.C.E.S.)
	VILLERMAUX	Génie Chimique
	METCHE	Biochimie Appliquée (brasserie)
	PAIR	Mathématiques Appliquées
	BAUMANN	Physique 1° Cycle
	DURAND	Physique
	GRANGE	Physique (I.S.I.N.)
	DEPAIX	Probabilités & Statistiques
	N...	Mécanique des fluides (I.S.I.N.)
	N...	Mécanique (I.S.I.N)
	N...	Mathématiques
	N...	Mathématiques P.C.
	N...	Mathématiques C.B.G.
	N...	Physiologie animale
	N...	Mathématiques M.P.
	N...	Exploitation minière (E.N.S.M.I.M.)

A celui qui m'encouragea dans mes travaux de laboratoire :

Monsieur le Professeur M. TURPIN

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41551908_0015

AVANT-PROPOS

L'étude que nous allons présenter a été effectuée dans le Laboratoire de Génie Métallurgique de l'Ecole des Mines de Nancy. L' Institut de Recherches de la Sidérurgie en a permis la réalisation par l'aide qu'il y a apportée. Nous tenons à remercier :

Monsieur le Professeur TURPIN qui nous a mis sur la voie des recherches dont nous allons faire part et Monsieur TRENTINI, Directeur de la Station d'Essais de l'IRSID à Maizières-les-Metz, qui a apporté son appui à ce travail.

Nous adressons tous nos remerciements à :

- Monsieur le Professeur DAVOINE qui a bien voulu présider notre Jury de Thèse,
- Monsieur VIGNES qui a facilité notre travail au laboratoire et Monsieur le Professeur FAIVRE qui nous a permis d'utiliser son matériel,
- Messieurs PRELOT et HOESSLER, ainsi que tout le personnel du Laboratoire de Génie Métallurgique,
- Messieurs VAYSSIERE, ROEDERER et GAUTIER, Ingénieurs à l'IRSID pour l'intérêt qu'ils ont apporté à cette étude,
- Messieurs SERRA, HAAS, HETTLER, LAFOND qui ont participé aux études morphologiques,
- Messieurs BOURDIEU, JECKO qui nous ont fourni les analyses,
- Le secrétariat de la Division Métal Liquide et le Service de Reproduction de l'IRSID.

*

* *

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE — pages

Première Partie : LES PREMIERS STADES DE LA SOLIDIFICATION DENDRITIQUE. — 2

INTRODUCTION

I. TECHNIQUES EXPERIMENTALES — 4

1/ Bibliographie — 4
2/ Appareillage — 6
3/ Expérimentation — 8
4/ Méthodes d'observation — 10

II. PHENOMENES DE SURFACE — 11

1/ Mouillage du substrat par la goutte — 11
2/ Structures de solidification sur la surface de la goutte — 14

III. SOLIDIFICATION A L'INTERIEUR DE LA GOUTTE — 18

1/ Motifs structuraux — 18
2/ Ségrégations — 19
3/ Discussion — 19

CONCLUSION DE LA PREMIERE PARTIE — 21

TABLE DES MATIERES (SUITE)

pages

Deuxième Partie : CROISSANCE DENDRITIQUE ET SOLIDIFICATION DES BILLETTES DE COULEE CONTINUE. 22

INTRODUCTION 23

I. MORPHOLOGIE DE LA STRUCTURE DENDRITIQUE 25

1/ Caractère des structures étudiées 26
2/ Notion de covariance 28
3/ Nouvelle définition de l'intervalle interdendritique 29
4/ Méthode de mesure et résultats 33

II. INFLUENCE DE LA VITESSE DE SOLIDIFICATION SUR LA DISTANCE INTERDENDRITIQUE. 35

1/ Etude bibliographique 35
2/ Méthode expérimentale 41
3/ Résultats expérimentaux 44
4/ Discusssion 46

III. ESSAI DE DETERMINATION EXPERIMENTALE DU PROFIL DE SOLIDIFICATION DE COULEE CONTINUE 51

1/ Résultats expérimentaux 51
2/ Modèle mathématique 55
3/ Discussion des résultats 61

CONCLUSION DE LA DEUXIEME PARTIE 64

CONCLUSION GENERALE 65

BIBLIOGRAPHIE 67

ANNEXE I - LISTE DES SYMBOLES UTILISES

ANNEXE II - CALCUL DU PROFIL DE SOLIDIFICATION D'UNE BILLETTE DE COULEE CONTINUE

LISTE DES FIGURES

INTRODUCTION GENERALE

La solidification dendritique des alliages de fer intervient quotidiennement dans la production des lingots d'acier, domaine qui est resté pendant longtemps réservé à l'empirisme. De nombreux défauts apparaissent dans les produits coulés par suite des variations considérables des conditions de solidification. C'est ainsi que des concentrations importantes en impuretés se rencontrent entre les dendrites de la zone basaltique et entraînent l'apparition de criques internes dans les produits de coulée continue. Pour tenter d'apporter quelques informations permettant de mieux surmonter ces difficultés, nous avons étudié la solidification dendritique du fer.

Depuis le développement des techniques de fusion de zone pour la production des métaux purs et des semi-conducteurs, la solidification est devenue un sujet d'étude fondamentale sur laquelle se sont penchés de nombreux chercheurs. Cette transformation est maintenant étudiée sous ses deux aspects principaux qui sont la germination et la croissance de la nouvelle phase. Nous avons étudié ces deux parties au cours de notre travail, en restant soucieux d'une éventuelle application aux cas industriels. Dans l'étude des premiers stades de la solidification dendritique d'alliages fer-phosphore, nous avons cherché à représenter le premier contact entre le métal liquide et une lingotière. Dans l'étude de la croissance des dendrites, nous avons effectué une application de nos résultats à la détermination du profil de solidification en coulée continue.

*

* *

PREMIERE PARTIE

LES PREMIERS STADES DE LA SOLIDIFICATION DENDRITIQUE

INTRODUCTION

Les phénomènes de germination d'une phase solide lorsqu'un liquide vient au contact d'une paroi refroidie sont très mal connus. Les expériences permettant de préciser le rôle des différents facteurs, tels que les gradients de température, les imperfections de la paroi, sont encore peu nombreuses. L'une d'elles, celle de Biloni et Chalmers (1), a conduit à l'observation d'une structure transitoire nouvelle dite "de solidification prédendritique" : elle est constituée par un germe de forme hémisphérique, de composition homogène et identique à celle du liquide initial, d'où partent dans toutes les directions des dendrites qui s'orientent progressivement. Ces germes sont liés à l'état de surface de la paroi froide, en particulier à la présence de rayures.

Ces observations sont relatives au système aluminium-cuivre et à certains types de parois. On peut se demander si elles se retrouvent pour d'autres systèmes et si la nature du matériau avec lequel le métal vient en contact les modifie. Cette question est d'autant plus importante que le praticien étudie toujours soigneusement le revêtement qu'il doit mettre sur les surfaces de ses lingotières. On peut se demander également jusqu'à quelle distance de la surface de contact l'influence de la paroi de refroidissement se fait sentir sur la structure du métal solidifié.

Pour répondre à ces questions, nous avons suivi une voie semblable à celle de Biloni et Chalmers : nous avons laissé tomber une goutte d'alliage fer-phosphore sur différents substrats et observé les structures de solidification sur la surface et au sein de l'échantillon. Dans le développement qui suit, nous verrons successivement les techniques expérimentales que nous avons mises en oeuvre, l'observation et l'interprétation des phénomènes de surface, l'étude de la solidification à l'intérieur de la goutte.

*

* *

I. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Avant de décrire notre appareillage, nous allons voir comment nous avons été conduits à l'adopter. Puis, nous décrirons les expériences que nous avons effectuées et les méthodes d'observation utilisées.

1/ Bibliographie

De nombreux expérimentateurs ont essayé de faire varier la vitesse de refroidissement d'un alliage et étudié l'influence de ce facteur sur les structures de solidification et l'intensité des ségrégations.

Olsen et Hultgren (2) ont projeté des gouttes de métal liquide, de taille variable, dans de l'eau. Sur des alliages cuivre-nickel, ils ont observé un processus de solidification sans diffusion conduisant à un alliage solide sans ségrégation. Ils ont estimé les plus grandes vitesses de refroidissement à 97 degrés C par seconde.

En augmentant encore la vitesse de refroidissement, Duwez et d'autres auteurs (3) (4) (5) (6) sont allés beaucoup plus loin dans cette voie. Ils ont projeté des gouttelettes de métal liquide sur des surfaces inclinées, des cylindres tournant à grande vitesse, ou des disques légèrement désaxés, de façon à emprisonner la gouttelette. La projection violente était assurée par l'action d'une onde de choc. Ils ont obtenu par ces méthodes des alliages métastables (Ag-Cu par exemple) et des solides amorphes (Au-Si par exemple).

Les expériences de Biloni et Chalmers (1) montrent qu'il est possible d'observer un processus de solidification sans diffusion dans des conditions beaucoup plus générales que celles que nous venons de décrire. En coulant du métal liquide (un alliage aluminium-cuivre de composition variable) sur une plaque rayée dont la température était fixée entre la température de l'air ambiant et la température du liquidus de l'alliage étudié, ils ont obtenu des germes hémisphériques de composition égale à celle du liquide initial : ceux-ci s'étaient donc solidifiés sans diffusion, avant que le processus de transport n'eût lieu. Ces germes sont présents sur la surface trempée de l'échantillon et au sein même de certains alliages. Ils se prolongent par une structure dendritique orientée.

Biloni et Chalmers ont proposé une interprétation de ces phénomènes que nous allons rappeler brièvement. Sur la figure 1 , nous avons tracé le diagramme de phase d'un alliage binaire et les courbes d'enthalpie libre du liquide et du solide à la température T_o, qui sera la température de début de transformation. Lorsque la surfusion du liquide initial augmente, sa composition C_o se déplace vers la gauche du diagramme. La tangente commune aux deux courbes d'enthalpie libre les rencontre aux points de composition C_L et C_S . Elles se coupent au point de composition C.

Si $C < C_o < C_L$, c'est-à-dire si la surfusion est faible, le processus de transport par diffusion est nécessaire pour que l'enthalpie libre du système diminue pendant la transformation.

Si $C_S < C_o < C$, c'est-à-dire si la surfusion est plus forte, le processus de transport sera peu important.

Si $C_o < C_S$, c'est-à-dire si la surfusion est très forte, il pourra ne pas y avoir de transport par diffusion.

Biloni et Chalmers attribuent leurs observations à l'existence d'une forte surfusion au début de la transformation liquide-solide. Or de très grands taux de surfusion ont également été observés lors d'expériences de solidification de fer par Colligan et d'autres auteurs (7) (8) (9). On pourrait donc s'attendre dans ce cas à des observations de même nature que les précédentes. Pour atteindre la surfusion nécessaire, nous avons utilisé l'appareillage que nous allons maintenant décrire.

2/ Appareillage

Une spire d'induction couplée à un générateur de hautes fréquences chauffe un barreau cylindrique du métal étudié : une goutte de métal liquide s'en détache lorsque les forces de pesanteur sont supérieures aux forces de tension superficielle. Cette goutte de métal tombe sur différents substrats refroidis à l'eau et se solidifie rapidement grâce au refroidissement rapide assuré par le montage.

a) Montage

On peut voir sur la figure 2 les principales parties de celui-ci :

. un tube de travail en Vycor dans lequel sont placés le barreau cylindrique échantillon et le substrat refroidi.

. un tube de refroidissement pénètre dans le tube de façon étanche par le bas. Sur ce tube, nous avons placé les plaquettes qui servent de substrats. Elles sont refroidies par une circulation d'eau.

. une spire d'induction couplée à un générateur de hautes fréquences de 10 kW de puissance.

Dans le tube de Vycor, l'atmosphère est constituée par de l'hydrogène purifié sur une colonne d'amiante palladiée et une colonne de chlorure de calcium anhydre.

b) Choix des substrats

De façon à ne pas modifier les conditions d'extraction de la chaleur, nous avons effectué, sur des plaquettes identiques de laiton de 2 mm d'épaisseur, des dépôts en couche mince des matériaux qui constituaient les substrats. Les substrats que nous avons utilisés sont les suivants :

- *laiton poli* : nous avons réalisé sur la plaquette un polissage à la pâte diamantée. Celui-ci a laissé à la surface des rayures dont la profondeur et la largeur étaient de l'ordre du micron.

- *laiton rayé* : nous avons fait, à l'aide d'une toile de papier abrasif, des rayures parallèles dont la profondeur et l'épaisseur étaient de l'ordre de 200 µ.

- *carbone* : nous avons déposé par évaporation sous vide une pellicule de carbone de 300 Å d'épaisseur. Ce type de substrat se rapproche de celui qui existe dans une lingotière de coulée continue.

- *alumine amorphe* : nous avons déposé à l'aide de la torche à plasma (10) une couche mince de 200 Å d'épaisseur.

- *silice amorphe* : nous l'avons obtenue dans les mêmes conditions que l'alumine amorphe.

- *alumine finement cristallisée* : dans les mêmes conditions opératoires que pour l'alumine amorphe, on obtient avec une température de flamme différente des cristaux d'alumine d'orientation aléatoire et de taille moyenne 200 Å (10).

- *alumine grossièrement cristallisée* : nous avons utilisé une plaquette réfractaire de 1 mm d'épaisseur. Les cristaux avaient une taille de l'ordre de 500 µ. Ce substrat est voisin de ceux qui existent dans les lingotières de graphite utilisées pour la coulée sous pression.

3/ Expérimentation

a) Choix du système étudié

Nous avons cherché un alliage à base de fer qui se comporte comme les aciers ordinaires, caractérisés par la présence de faibles quantités d'éléments d'alliage qui ségrègent beaucoup, tels que le carbone, le soufre, le phosphore. D'après la loi de Van't Hoff pour des solutions idéales, ces alliages présentent une pente du liquidus importante.

Nous avons cherché également à éviter les transformations à l'état solide, qui auraient pu masquer les phénomènes. Ceci conduit à la recherche de boucles γ fermées aussi plates que possible.

Le système fer-phosphore dont on a reporté le diagramme d'état sur la figure 3 empruntée à Hansen (11) présente un coefficient de partage de 0,25 et une pente du liquidus de 25° / % P alors que ces coefficients avaient pour valeurs 0,1 et 3° / % Cu pour le système aluminium-cuivre. Par rapport aux autres systèmes à base de fer auxquels nous aurions pu appliquer notre étude (Fe-Sn, Fe-Mo, Fe-Ni...), le système fer-phosphore a un gros avantage : il est très facile à attaquer lorsqu'on veut révéler les microségrégations. Les réactifs cuivriques laissent en effet un dépôt de cuivre sur les parties les plus riches en fer. C'est ainsi que nous avons été conduits à utiliser le système fer-phosphore pour nos expériences.

b) Expériences effectuées

En utilisant du fer ex-carbonyle en poudre fourni par l'ONIA, de pureté 99,93 %, surtout pollué par du Ni (200 à 300 ppm) et du phosphore rouge en poudre de pureté 98 %, pollué par d'autres métalloïdes et de l'oxygène, nous avons réalisé des mélanges que nous avons ensuite comprimés et fondus sous atmosphère d'hydrogène, dans des creusets en alumine pure.

Les compositions finalement obtenues ont été les suivantes :

Fe-P à 8,84 % de P (voisin de la composition eutectique)

Fe-P à 1,27 % de P

Fe-P à 0,246 % de P

Fe-P à 0,012 % de P

Les principales expériences effectuées sont présentées dans le tableau I, ci-dessous, où elles sont désignées par une croix.

Tableau I

Substrat \ Alliage	Fe-P 1,27 % P	Fe-P 0,246 % P	Fe-P 0,012 % P	Fe-P 8,84 % P	Al-Cu 0,575 % Cu
laiton poli	X	X	X	X	X
laiton rayé	X	X	X	X	X
carbone	X				
alumine amorphe	X	X	X		
silice amorphe	X				
alumine finement cristallisée	X	X	X		
alumine grossièrement cristallisée	X				

Nous avons effectué plusieurs expériences dans chaque cas pour vérifier la reproductibilité des observations. Nous avons fait des essais sur des échantillons en acier doux pour étudier l'influence de la taille de la goutte et de la hauteur de chute.

4/ Méthodes d'observation

Nous avons observé à différentes échelles la goutte solide obtenue.

Les gouttes ont été pesées et photographiées.

Puis nous avons observé les motifs de surface au microscope optique : ils étaient visibles directement sans attaque, car les reliefs laissés par le passage du front de solidification étaient assez importants. Ils étaient cependant perturbés par de nombreux phénomènes : forces de tension superficielle, réactions de surface, forces de retrait avaient aussi déformé la surface de l'échantillon, créant ainsi plusieurs niveaux de relief. Ceci nous a beaucoup gênés pour réaliser de bonnes photographies car la profondeur du champ était trop faible pour rendre nets les différents plans. La technique de l'immersion s'est montrée insuffisante pour approfondir le champ. Nous avons fait des essais de microscopie électronique sur double réplique vernis-carbone mais sans succès.

A l'intérieur de la goutte, nous avons suivi la solidification par l'observation des ségrégations de phosphore mises en évidence par le réactif de Stead.

Le laboratoire d'analyses de la Société de Wendel a déterminé la composition moyenne en phosphore des alliages étudiés. Les méthodes employées ont été les suivantes : gravimétrie du phospho-molybdate d'ammonium, colorimétrie du phospho-molybdate d'ammonium, colorimétrie du bleu de molybdène, suivant la concentration des alliages.

Les microanalyses ont été faites à la microsonde de Castaing (12) de l'Ecole des Mines : les résultats sont qualitativement valables, mais quantitativement discutables, puisque la teneur était voisine de la limite de précision de l'appareil (0,5 % environ).

Voyons maintenant à quels résultats nous ont conduits ces techniques expérimentales.

II. PHENOMENES DE SURFACE

1/ Mouillage du substrat par la goutte

L'influence du contact entre la goutte et le substrat sur la solification du métal est visible à l'échelle macroscopique : toutes les gouttes ont approximativement le même poids, mais elles n'ont pas la même forme après solidification.

a) Poids des gouttes

Prenons par exemple le cas de l'alliage à 1,27 % de P. Nous donnons ci-dessous le poids des gouttes obtenues :

sur laiton poli	2,0741	g
laiton rayé	1,9739	
carbone	2,2742	
alumine amorphe	2,0421	
silice amorphe	2,2310	
alumine finement cristallisée	1,8068	
alumine grossièrement cristallisée	2,2889	

Du poids des gouttes, on peut déduire la valeur de la tension superficielle de l'alliage liquide (13) . Soit r le rayon du barreau échantillon, Mg le poids de la goutte, ρ la masse spécifique de l'alliage, σ sa tension superficielle. En admettant qu'il n'y a pas de force de lévitation, on peut écrire (voir la figure 4a) :

$$(1) \quad Mg = 2\pi r \sigma \, \Phi\left(\frac{r}{a}\right) \text{ où } a = \frac{2\sigma}{\rho g}$$

où $\Phi\left(\frac{r}{a}\right)$ est un terme correctif qui dépend de la forme exacte de de la goutte qui se détache. Ce terme correctif est donné par la figure 4b.

En prenant un poids moyen de 2,15 g, on trouve une tension superficielle de 1300 dynes/cm (coefficient correctif $\Phi = 0,65$). La valeur calculée est vraisemblable : ceci prouve que la goutte était bien liquide lorsqu'elle s'est détachée. L'écart de poids lorsqu'on passe d'une expérience à une autre est important (de l'ordre du 1/10 du poids) : ceci est dû à l'instabilité de la goutte dans le champ de lévitation ou à un taux d'impuretés (en particulier d'oxygène) variable d'une expérience à l'autre.

La goutte tombée sur un substrat d'alumine finement cristallisée a toujours un poids inférieur à celui des autres gouttes : cela ne correspond pas à une différence de tension superficielle. En fait, la même quantité de métal s'est détachée du barreau échantillon, mais quand elle est venue au contact du substrat, une réaction violente et une solidification rapide ont provoqué la formation de projections qui n'ont pas été pesées.

b) Forme des gouttes

Si toutes les gouttes ont approximativement le même poids, elles ont des formes très différentes, comme on peut le voir sur la figure 5 pour un alliage à 1,27 % de phosphore. Elles occupent, selon le substrat, une partie plus ou moins grande de la surface de la plaquette.

Pour le laiton rayé, l'alumine grossièrement cristallisée, on trouve une aire de contact apparent égale à l'aire du substrat.

Pour l'alumine amorphe, l'aire de contact apparent est aussi très importante,mais on voit sur la figure 5 qu'il existe une grande zone de décollement.

Pour la silice amorphe, cette zone de décollement a donné naissance à une ouverture et le métal occupe une partie plus faible de l'aire du substrat.

Pour l'alumine finement cristallisée, le carbone, le laiton poli, l'aire de contact apparent est environ la moitié de l'aire de contact possible.

L'aire de contact apparent est très supérieure à l'aire de contact réel. Les forces de tension superficielle, les réactions et les dégagements gazeux, les irrégularités du substrat (rayures), rendent le contact entre goutte et substrat intermittent et très tourmenté, ce qui complique beaucoup les observations.

De plus, le paramètre "aire de contact" ne représente pas la notion physique précise qui est le "mouillage". Celui-ci est caractérisé par l'angle de contact entre la goutte et le substrat : lorsque l'angle de contact est inférieur à 90°, le substrat est mouillé. C'est peut-être le cas de l'alumine finement cristallisée. Lorsque l'angle de contact est supérieur à 90°, le substrat n'est pas mouillé. C'est le cas de tous les autres substrats. Comme nous allons le voir dans la discussion, il paraît difficile de tenir compte de ces valeurs des angles de contact dans nos expériences.

c) Discussion

De même qu'il existe une forme d'équilibre de la goutte lorsqu'elle se détache de l'échantillon cylindrique, il existe en effet une forme d'équilibre de la goutte sur le substrat. Elle est telle que les forces de pesanteur soient équilibrées par les forces de tension superficielle appliquées sur le pourtour de l'aire de contact dans une direction donnée par l'angle de contact.

Cet équilibre n'est probablement pas atteint dans nos expériences : les gouttes se solidifient alors qu'elles évoluent vers la forme stable d'équilibre : ceci est bien visible sur les photos de la figure 5.

Les valeurs que nous avons trouvées pour les angles de contact sont différentes de celles que l'on admet généralement : en particulier, pour l'alumine finement cristallisée, nous avons trouvé un angle de contact faible et pour le carbone un angle de contact fort.

Il faut remarquer que, dans nos expériences, les gouttes tombent avec une certaine vitesse et s'écrasent sur le substrat avec lequel elles peuvent même réagir. D'autre part, les revêtements que nous avons réalisés en couche mince peuvent avoir des propriétés de surface très différentes de celles d'un corps cristallin massif. En ce sens, il paraît difficile de comparer ces résultats à d'autres qui auraient été obtenus dans des conditions différentes.

En conclusion, retenons que le contact entre la goutte et le substrat dépend de la nature de celui-ci et varie beaucoup sur la surface des échantillons. Ceci aura une influence sur les structures de surface des gouttes que nous allons étudier maintenant.

2/ Structures de solidification sur la surface de la goutte.

Une expérience de vérification avec le système aluminium-cuivre nous a montré qu'il était possible de renouveler, avec notre dispositif expérimental, les observations de Biloni et Chalmers (voir figure 6). Ces observations sont faites directement sans polissage ni attaque sur la surface de la goutte. Dans le cas des alliages fer-phosphore, on observe des structures cellulaires et dendritiques que nous allons décrire, puis tenter d'interpréter.

a) Description des motifs de surface

Lorsque le substrat et le métal sont localement parallèles à une distance plus ou moins grande l'un de l'autre, au centre de la goutte par exemple, on trouve sur la surface une structure cellulaire telle que celle de la figure 7a relative à un alliage à 0,246 % de P, ou de la figure 7b relative à un alliage à 1,27 % de P (le grossissement est plus fort sur cette deuxième photographie). La forme exacte du relief de ces cellules n'est pas facile à préciser et varie sur la surface de l'échantillon. En modifiant la mise au point, nous avons pu mettre en évidence sur certaines plages le profil de la figure 8.

La taille de ces cellules varie baucoup sur un même échantillon : on en trouve qui ont 20 μ de diamètre et à quelques centaines de microns plus loin on en trouve qui ont un diamètre de 2 ou 3 μ.

Lorsque la goutte est localement oblique par rapport au substrat, on trouve des cellules de forme carrée ou rectangulaire. Les cellules du type précédent paraissent s'allonger et s'orienter. Ce phénomène apparaît nettement sur les figures 9a et 9b relatives à des alliages contenant 0,246 % de phosphore et 1,27 % de phosphore respectivement.

Sur les bords de l'échantillon et lorsque le contact entre la goutte et le substrat est très perturbé, on rencontre des structures dendritiques telles que celles des figures 10a et 10b relatives à des alliages de différente composition en phosphore. Ces dendrites présentent bien sûr des axes de croissance privilégiés et un pseudo-centre ; mais cela ne rappelle pas du tout ce qu'avait observé Biloni : il n'y a pas de zone hémisphérique homogène d'où partent des dendrites dans toutes les directions.

La taille des dendrites varie beaucoup sur un même échantillon et aucune corrélation entre la taille et la composition en phosphore par exemple n'est possible.

Nous avons mesuré les ségrégations associées à ces structures grâce à la microsonde de Castaing. Après un léger polissage à la pâte diamantée, nous avons effectué des balayages au voisinage immédiat de la surface, sur des plages où il y avait initialement des cellules ou des dendrites. La concentration en phosphore a toujours varié entre 1 et 3 %. En certains points, elle atteignait 9 % : nous pensons que ces points correspondent aux noeuds du réseau structural. Le taux de ségrégation est indépendant du type de structure observé (cellulaire ou dendritique).

Soulignons pour résumer que rien de comparable à ce qu'avait vu Biloni n'a pu être observé. On a trouvé une continuité structurale entre des cellules et des dendrites de tailles très variables. La nature et la forme des éléments structuraux sont déterminées par le contact entre le métal et le substrat. Les microségrégations existent partout sur la surface des gouttes et elles ont toujours la même intensité.

b) Discussion

Deux facteurs peuvent expliquer la différence entre nos observations et celles de Biloni et Chalmers : la conductibilité thermique du fer qui est beaucoup plus faible que celle de l'aluminium, les propriétés thermodynamiques du système fer-phosphore qui sont très différentes de celles du système aluminium-cuivre.

Le premier de ces facteurs joue un rôle évident : lorsque la conductibilité est forte, il se produit au voisinage du point de contact entre goutte et substrat une trempe beaucoup plus énergique et l'on peut concevoir que les germes trouvés par Biloni étaient plus faciles à former dans le cas de l'aluminium que dans le cas du fer.

Pour comprendre le rôle joué par les propriétés thermodynamiques du système, il faut reprendre l'explication du processus de solidification sans diffusion donnée par Biloni et Chalmers.

Traçons le diagramme Fe-P au voisinage des points qui nous intéressent (figure 1) ainsi que les courbes d'enthalpie libre du liquide et du solide à une température T_0 qui est la température de début de transformation. Lorsque T_0 diminue, c'est-à-dire lorsque la surfusion augmente, les courbes d'enthalpie libre se déplacent vers la droite, la composition initiale de l'alliage restant fixée. On peut, pour un raisonnement qualitatif, considérer fixes les courbes d'enthalpie libre et augmenter la sursaturation en déplaçant vers la gauche la composition initiale (celle-ci est d'autant plus loin de la composition du liquidus que la surfusion est importante).

Il est difficile de préciser la forme exacte des courbes d'enthalpie libre. On peut cependant prévoir que celle du liquide a une concavité faible du fait que le liquide est voisin d'une solution idéale, alors que celle du solide a une concavité importante du fait que la solution solide est saturée à 3 % de phosphore. La concavité des deux courbes doit être plus forte dans le cas du système fer-phosphore que dans le cas du système aluminium-cuivre car la chaleur de dissolution de l'élément d'alliage est également plus forte (figure 11).

On conçoit alors que, pour le système fer-phosphore, il est plus difficile d'atteindre le processus de solidification sans diffusion, c'est-à-dire la surfusion telle que la composition initiale soit à gauche de la composition où se coupent les 2 courbes d'enthalpie libre du solide et du liquide : la variation d'enthalpie libre à gauche de ce point est beaucoup plus faible que celle que l'on atteint à droite et, d'après le second principe, on restera donc à droite, c'est-à-dire qu'il y aura diffusion.

Il existe donc une limite pour l'obtention d'une solidification sans diffusion : celle-ci est fixée par les courbes d'enthalpie libre du solide et du liquide à la température de transformation. Ceci peut expliquer la différence que nous avons observée entre le système Fe-P et le système Al-Cu.

Les théories de la solidification (14) (15) voient l'origine de ces structures dans l'instabilité d'un front de solidification qui se déplace. La surfusion structurale (16) (17) (18) liée à la coexistence d'un champ de diffusion de matière et d'un champ de diffusion de chaleur (19), nous donnent des critères d'instabilité vérifiés expérimentalement. Cette instabilité conduit à une structure régulière dépendant des conditions de solidification (vitesse et gradient dans le liquide). Ces théories s'appliquent lorsqu'il y a un front plan (ou localement plan) qui se déplace dans le liquide : on voit mal, dans nos expériences, où se situerait ce front au début de la solidification : nous pensons qu'il y a en fait un grand nombre de fronts qui se rejoignent rapidement pour faire un front unique qui progresse dans la goutte liquide. C'est pourquoi nous proposerons l'explication suivante : la structure cellulaire résulte de la croissance à partir de germes répartis dans le plan suivant une loi aléatoire normale. Ils se développent à la même vitesse dans toutes les directions du plan jusqu'à constituer un pavage complet. Le motif idéal obtenu à partir de ce modèle serait constitué par des polygones juxtaposés. On peut voir sur les figures 7 que les motifs observés en sont très proches. On explique par un tel modèle des motifs semblables rencontrés dans la nature, en particulier en géologie la fissuration des argiles .

Sous l'effet des gradients thermiques, orientés de façon différente suivant la nature du contact entre métal et substrat, les germes peuvent se développer plus rapidement dans certaines directions : ceci conduit aux cellules allongées des figures 9. Dans le cas où le gradient est quasi-parallèle à la surface du substrat, seuls les germes bien orientés peuvent se développer. Ils forment alors un réseau dendritique.

Cette interprétation nous paraît être la seule qui explique la forme des dendrites des figures 10 qui sont assez différentes de ce qu'on observe habituellement.

Nous avons résumé notre modèle sur le schéma de la figure 12 où $\vec{G}$ représente la direction du gradient thermique dominant.

Il existe donc une relation entre la géométrie du contact entre la goutte et le substrat et les structures de solidification que l'on rencontre. Dans le cas du fer qui présente une forte tension superficielle et une faible conductibilité thermique, la liaison entre goutte et substrat est moins nette que dans le cas de l'aluminium : on observe le même type de structures cellulaires et dendritiques sur tous les substrats.

III. SOLIDIFICATION A L'INTERIEUR DE LA GOUTTE

Voyons maintenant comment se poursuit la solidification lorsqu'on s'éloigne de la surface refroidie de la goutte, quels sont les motifs structuraux rencontrés et quelles sont les ségrégations qui leur sont associées.

1/ Motifs structuraux.

On voit sur la figure 13 une coupe parallèle au flux de chaleur, perpendiculaire à la surface de l'échantillon. On a effectué sur cette coupe un polissage à la pâte diamantée et une attaque Stead. On distingue 3 zones correspondant à 3 types différents de solidification.

Une première zone est constituée par de petits grains noirs au centre, clairs sur les bords (parties plus ou moins riches en fer). Cette zone correspond aux cellules et aux dendrites de surface observées et décrites précédemment. Son épaisseur varie entre 0 et 50 microns.

Une deuxième zone est de type basaltique (voir figure 14a). Elle est constituée par des dendrites tiges qui partent dans toutes les directions puis s'orientent pour devenir parallèles les unes aux autres : un mécanisme de sélection joue et seules les dendrites qui étaient orientées favorablement dans le sens du flux de chaleur se sont développées (20). On met facilement en évidence ce mécanisme en effectuant plusieurs coupes perpendiculaires au flux de chaleur, telles que celle de la figure 13.

L'épaisseur de cette zone est, lorsqu'elle existe, de 250 à 500 μ . Pour les échantillons alumine amorphe et silice amorphe, elle disparaît, comme on peut le voir sur la figure 14b.

La troisième zone est de type équiaxe : elles est constituée par des dendrites orientées dans toutes les directions et peu ramifiées. Cette zone occupe la plus grande partie de l'échantillon.

2/ Ségrégations

A l'aide de la microsonde de Castaing, nous avons effectué des balayages de la section polie de la goutte à différentes distances de la surface trempée. Nous obtenons des résultats tels que ceux de la figure 16. Les variations de composition, pour un échantillon contenant 1,23 % de phosphore, sont toujours comprises entre 1 et 3 % de phosphore. L'intensité des ségrégations varie donc peu sur la section de la goutte : elle est la même dans la zone basaltique et dans la zone équiaxe.

3/ Discussion

Dans les expériences que nous avons effectuées, la germination dans le sein du métal est toujours très aisée, ce qui conduit à de nombreuses dendrites équiaxes de petite dimension. On peut expliquer cela en remarquant que la température à l'intérieur de la goutte baisse rapidement sous l'effet des pertes thermiques. En pratique, la germination est toujours hétérogène. On sait (21, 22) que les germes de solidification apparaissent pour une valeur critique ΔT^* de la surfusion : valeur qui dépend fortement de la nature de l'hétérogénéité qui provoque cette germination. Lorsque la température de la goutte décroît et que la surfusion atteint une valeur ΔT_1 qui rend actifs les germes contenus par le métal, la zone équiaxe peut se former.

Le substrat n'influence la solidification que sur une courte distance (250 μ) lorsqu'on s'éloigne de lui. On peut lui associer une valeur ΔT_2 de la surfusion critique qui dépend à la fois de sa nature et de sa structure. Ainsi on observe toujours sur les substrats cristallisés une zone basaltique qui se développe de la même façon et atteint toujours à peu près la même dimension. Sa structure n'est conditionnée que par des phénomènes de croissance (disparition des dendrites les plus mal orientées dans le flux de chaleur).

Dans une lingotière, les phénomènes sont différents : la germination de la zone équiaxe est moins facile car il existe une surchauffe du métal qui ne peut s'évacuer que par la paroi. Il y aura alors germination sur la paroi ou au voisinage immédiat dans la couche de métal refroidi et les dendrites ainsi formées se développent dans le sens du flux de chaleur.

La nature du substrat n'influence la structure de solidification du lingot que par le contact qu'il assure avec le métal. D'un point à un autre, ce contact va varier. On observera donc des dendrites partant des points de bon contact qui auront crû au détriment de leurs voisines, mais ceci ne veut aucunement dire que seul leur point d'origine est l'emplacement d'un germe. Il se forme immédiatement un grand nombre de germes sur la surface de contact avec la lingotière.

*

* *

CONCLUSIONS

A l'origine de la croissance dendritique d'alliages Fe-P, nous ne trouvons pas le processus de solidification sans diffusion que nous avaient fait prévoir les expériences de Biloni et Chalmers sur le système Al-Cu. Les conditions de transfert de chaleur et la forme du diagramme Fe-P expliquent les différences que nous avons constatées.

A la surface de nos échantillons, nous avons trouvé des structures fines cellulaires ou dendritiques qui dépendent de la nature du contact entre le substrat et la goutte de métal. Ces structures peuvent être considérées comme la réalisation d'un pavage plan formé à partir de germes qui se sont développés dans toutes les directions dans le cas des cellules, qui se sont orientés dans le sens du gradient thermique et développés suivant un processus de ramification dans le cas des dendrites. Au sein de l'échantillon, on observe une structure basaltique puis équiaxe. Sur les substrats d'alumine ou de silice amorphes, la zone basaltique disparaît : la nature du substrat n'affecte la solidification de la goutte que sur une épaisseur très faible (250 μ) en catalysant ou non la germination d'une zone basaltique.

Ceci nous a conduits à penser que les phénomènes de germination n'avaient dans les lingots, près des parois, que très peu d'importance. Par contre, la structure doit y être très sensible aux irrégularités dans le transfert thermique.

*

* *

DEUXIEME PARTIE

CROISSANCE DENDRITIQUE ET SOLIDIFICATION DES BILLETTES DE COULEE CONTINUE.

INTRODUCTION

Lors de la croissance par solidification d'une phase solide unique d'alliage, les phénomènes de transfert de chaleur et de matière entraînent l'instabilité du front de transformation (14) (15). Cette instabilité conduit à la formation de dendrites dont les formes très variées ne sont pas encore clairement expliquées. La composition du métal solide varie parfois de façon importante entre l'axe de la dendrite et le centre de l'espace interdendritique, où les éléments en solution dans le fer se concentrent par suite du rejet du soluté à l'interface liquide-solide (23). Ils peuvent même y précipiter sous forme d'inclusions riches en oxygène, soufre et phosphore. Ces ségrégations ont des effets très néfastes sur les propriétés du matériau : elles influencent les transformations à l'état solide et peuvent conduire à de nouvelles phases que l'on ne désire pas voir apparaître. Les espaces interdendritiques peuvent se fermer prématurément et il apparaît alors une porosité qui conduit à des "criques". Pour corriger ces effets, il est nécessaire de briser la structure de solidification par un corroyage important.

Ces problèmes sont particulièrement graves dans le cas de la coulée continue. En effet, le corroyage subi par les produits est plus faible que dans le cas de la coulée classique, ce qui accentue l'importance des phénomènes apparus à la solidification. D'autre part, la zone basaltique occupe une partie plus importante du produit coulé et arrive parfois jusqu'au centre où elle provoque une porosité axiale qui rend difficile le laminage.

Un bon contrôle de ce procédé exige donc une connaissance approfondie des mécanismes de la croissance dendritique. Il demande aussi de connaître la position du front de solidification et ses variations en fonction des conditions de coulée. Le puits liquide peut en effet être très profond car l'acier est très mauvais conducteur de la chaleur et il se produit très souvent des incidents (percées).

Nous nous sommes proposés d'évaluer la profondeur du puits liquide par une méthode indirecte fondée sur la connaissance de la relation entre l'intervalle interdendritique et les conditions de solidification. Ceci nous a conduits à étudier une définition et une mesure de l'intervalle interdendritique. Nous verrons d'abord comment l'utilisation de la morphologie mathématique nous a permis de proposer une méthode automatique de quantification d'une structure dendritique simple. Nous verrons ensuite comment on peut relier l'intervalle interdendritique à la vitesse de solidification, pour un acier au carbone donné. Enfin nous appliquerons ces résultats à la détermination du profil de solidification en coulée continue et comparerons notre méthode aux autres méthodes proposées.

*

* *

I. MORPHOLOGIE DE LA STRUCTURE DENDRITIQUE

Le terme dendrite sert à désigner toutes sortes de formes arborescentes que l'on rencontre dans les nombreuses divisions des sciences naturelles. Pour le géologue, c'est une veine d'oxyde visible sur la surface de certaines roches ; pour le biologiste, c'est une cellule nerveuse.

Le métallurgiste distingue 2 types de dendrites. Dans un métal pur, elles ont pour origine la surfusion thermique au front de solidification. Chaque dendrite est constituée par un réseau arborescent d'atomes, qui résulte d'une croissance privilégiée dans certaines directions cristallographiques.

Dans un alliage, la dendrite a pour origine la surfusion de constitution, telle que l'a définie Chalmers (14). Nous n'étudierons ici que ce second type de dendrites observé dans les alliages.

Le front de solidification est instable et la ségrégation à son voisinage donne naissance à une structure périodique. Dans un même grain cristallographique, il y a alors plusieurs dendrites, c'est-à-dire plusieurs avancées du front de solidification dans le métal liquide (une dizaine par exemple). Le rejet du soluté entraîne une différence de composition entre l'axe de la dendrite, solidifié en premier, et le centre des espaces interdendritiques, solidifié ensuite. Pour les éléments qui abaissent le liquidus du fer, tels que le carbone, le silicium, le phosphore..., la partie centrale de la dendrite est plus pure que les espaces interdendritiques.

Sur les échantillons solides, on peut mettre en évidence ces ségrégations à l'aide du réactif de Dickenson ou du réactif de Stead, à base de chlorure cuivrique qui laisse un dépôt de cuivre sur les parties les plus riches en fer, c'est-à-dire l'axe des dendrites (24).

Nous avons effectué ces attaques sur des coupes prises dans la direction de croissance et dans la direction perpendiculaire. Ceci permet en général de reconstituer approximativement la forme des dendrites dans l'espace, sans qu'il soit nécessaire de suivre leur évolution par des coupes successives très rapprochées.

1/ Caractère des structures étudiées.

Selon la nature de l'alliage et les conditions de solidification, les dendrites peuvent présenter des formes très variées, ce qui rend très difficile une comparaison quantitative.

a) Structure des billettes de coulée continue.

Dans les billettes de coulée continue, on trouve 3 types de cristallisation lorsqu'on va du bord au centre de l'échantillon, comme on peut le voir sur la macrographie de la figure 17.

Jusqu'à 1 cm de la peau environ, on trouve une structure trempée, grossièrement orientée et à grains fins.

Jusqu'à 4 cm de la peau environ, se développe une structure basaltique à grains orientés dans le sens radial du flux de chaleur. La longueur de cette zone dépend de nombreux paramètres et en particulier de la surchauffe du métal liquide. Elle peut,dans certains cas,atteindre le coeur de la billette.

Après la zone basaltique, la solidification ne se produit plus suivant une direction privilégiée et la zone équiaxe apparaît.

Sur la figure 18a, on peut voir une coupe perpendiculaire à la direction de croissance de la zone basaltique d'une billette de coulée continue. Elle est caractérisée par des motifs cruciformes répartis de façon relativement régulière. Lorsqu'on s'éloigne de la peau, il apparaît des ramifications sur les motifs cruciformes de base(voir figure 18b) et ceci complique les observations que l'on peut faire. Ces ramifications n'affectent que la fin de la zone basaltique, sur 1 cm environ.

b) Structure dendritique dans les expériences de solidification unidirectionnelle.

Pour étudier l'influence des conditions de solidification sur la structure dendritique, nous avons fait des expériences de solidification unidirectionnelle qui fournissent le même type de structure que celui de la zone basaltique d'une billette de coulée continue. Sur les figures 19 et 20, on peut voir respectivement une coupe perpendiculaire et une coupe parallèle à la direction de croissance, caractérisées par des motifs cruciformes et basaltiques, que nous allons décrire en détail.

Sur la figure 19, on remarque, à petite échelle, des groupes de dendrites orientées parallèlement. Ces groupes constituent les grains d'austénite primaire. A l'intérieur des grains, les dendrites sont alignées et réparties de façon périodique.

A plus grande échelle, la périodicité disparaît complètement : on rencontre des dendrites isolées, des ramifications, des changements d'orientation...

Dans la direction perpendiculaire de la figure 20, on observe des traits plus ou moins épais et des ramifications. La direction réelle de croissance des dendrites est légèrement inclinée (de quelques degrés) par rapport à la direction de notre coupe et ceci explique les variations d'épaisseur et les ramifications.

c) Modèle

Il résulte de ces observations que l'on peut considérer dans les cas les plus simples la dendrite comme un cylindre à base cruciforme qui s'est développé dans le sens du flux de chaleur et que l'on peut caractériser les structures par la distance entre deux cylindres. Généralement, on mesure l'intervalle interdendritique en considérant les alignements qui sont visibles sur les coupes telles que celle de la figure 19. L'intervalle interdendritique est alors le rapport entre la longueur de ces alignements et le nombre de dendrites qu'ils contiennent.

La distance entre deux alignements d'un même grain est très variable sur une même coupe, mais est toujours supérieure à l'espace interdendritique. Les dendrites de 2 alignements parallèles voisins sont parfois imbriquées les unes dans les autres - branche d'une croix dans l'intervalle entre 2 branches des croix de l'alignement voisin - ; mais ce cas de figure est plus rare que celui où les branches sont en opposition.

Pour obtenir une mesure objective de l'intervalle interdendritique, on doit tenir compte de toutes ces irrégularités. Pour le faire, nous avons fait appel à la morphologie mathématique et plus particulièrement à la notion de covariance. Les opérations nécessaires à la détermination des covariogrammes ont été effectuées automatiquement grâce à l'analyseur de textures (25).

2/ Notion de covariance

La fonction de covariance est un des outils mathématiques introduits par Matheron (26) et Serra (27) pour décrire les structures de différents milieux. Considérons un grain isolé A et un ensemble de 2 points séparés l'un de l'autre par un vecteur $\vec{h}$, de direction α, de module h, qui se déplacent par translation.

Prenons une origine quelconque O et repérons un point M de l'espace par le vecteur $\vec{x}$ qui a pour origine O et extrémité M. Soit $k\ (\vec{x})$ une fonction booléenne qui vaut 1 lorsque ce point est à l'intérieur du grain et O lorsqu'il est hors du grain.

Nous pouvons calculer le nombre d'éventualités qui correspondent au fait que 2 points, distants de $\vec{h}$, se trouvent simultanément dans A. Ce nombre est :

$$K\ (\vec{h}) = \int K\ (\vec{x})\ .\ K\ (\vec{x} + \vec{h})\ d\ \vec{x} \qquad (2)$$

$K\ (\vec{h})$ est la mesure de l'intersection de l'ensemble A avec celui $A_{-\vec{h}}$ obtenu en effectuant une translation de $-\vec{h}$ sur A.

On peut remarquer que pour $\vec{h} = \vec{0}$, cette intersection représente le volume V du grain si l'on est dans un espace à 3 dimensions, son aire S si l'on considère 2 dimensions seulement.

Appelons $K_\alpha\ (h)$ la valeur de $K\ (\vec{h})$ lorsque le vecteur $\vec{h}$ a la direction α. Dans le cas d'une figure plane, la valeur moyenne K (h), pour h fixé, et α prenant toutes les valeurs de O à 2π est :

$$K\ (h) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} K_\alpha\ (h)\ d\ \alpha \qquad (3)$$

Considérons maintenant une figure constituée par plusieurs grains répartis dans l'espace : $K(\vec{x})$ est alors considérée comme la réalisation "d'une fonction aléatoire stationnaire" définie dans l'espace considéré (26). La fraction de volume (ou de surface si l'on se trouve dans un espace à 2 dimensions) occupée par les grains est la valeur moyenne q de $K(\vec{x})$:

$$q = E(K(\vec{x})) \quad \text{où } E \text{ signifie valeur moyenne de .}$$

La covariance $K(\vec{h})$ doit alors être exprimée en termes de probabilités :

$$\begin{aligned} C(\vec{h}) &= \text{probabilité } \{ \vec{x} \in A \; ; \; \vec{x} + \vec{h} \in A \} \\ &= E \{ K(\vec{x}) \, . \, K(\vec{x} + \vec{h}) \} \end{aligned} \qquad (4)$$

Sa valeur moyenne à h constant, lorsqu'on balaye les directions du plan est :

$$C(h) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} C_\alpha(h) \, d\alpha \qquad (5)$$

Sa valeur pour $h = 0$, $C(0)$ représente la fraction de volume ou de surface occupée par les grains q .

3/ Nouvelle définition de l'intervalle interdendritique.

Nous allons montrer maintenant comment une mesure de $C(h)$ peut nous donner une estimation de $K(h)$, dans le cas d'un modèle de la structure dendritique que nous proposerons.

Comme on peut le voir sur la figure 21, ce modèle est constitué par un rectangle dont le petit côté est égal à la distance entre 2 dendrites d'un même alignement et le grand côté est égal à la distance entre 2 alignements. Ce modèle est voisin de celui qui a déjà été adopté par Kattamis et Flemings (28).

L'épaisseur des côtés du rectangle dépend du temps d'attaque de l'échantillon. Le covariogramme du motif de base (voir figure 22a) dans une direction qui est celle du long côté du rectangle est donné sur la figure 22b. Il varie lorsque l'épaisseur e des côtés du rectangle varie entre 0 et ℓ_0 . Tant que l'épaisseur est assez faible, on voit que le covariogramme passe par un maximum pour h = L. Dans la direction perpendiculaire, on trouverait de même que le covariogramme passe par un maximum pour h = ℓ .

L et ℓ peuvent être considérés tous deux comme des intervalles interdendritiques. Et généralement, on fournit une mesure de ℓ par la méthode qui a été indiquée en [I 1/ c], mais L et ℓ sont valables à petite échelle et ne tiennent pas compte de toutes les irrégularités de la structure dendritique.

On pourrait construire, à partir du motif de base de la figure 21, un modèle très général de la structure dendritique en divisant l'espace par des droites de direction aléatoire qui représenteraient les joints de grains. A l'intérieur de ces grains, les motifs de base seraient répartis de façon régulière; mais ce modèle est très compliqué et nous allons l'approcher par 2 types de distributions plus simples : la première sera parfaitement périodique ; dans la deuxième, les dendrites seront réparties de façon aléatoire dans le plan.

a) Structure périodique.

Sur la figure 23, on a construit un motif périodique par translations du motif rectangulaire de base dans les 2 directions du rectangle d'une valeur égale à ses côtés. Soit $C_\alpha(h)$ la covariance de cette figure dans la direction α : $C_\alpha(h)$ passe par un maximum pour une valeur de h égale à la longueur de la corde correspondante M N du rectangle de base.

Lorsque α varie, le covariogramme moyen $C(h) = \frac{1}{2\pi}\int_0^{2\pi} C_\alpha(h)\,d\alpha$ passe par un maximum pour une valeur de h approximativement égale à la longueur moyenne des cordes du rectangle de base. Cherchons la valeur moyenne de cette corde dans le cas général d'une courbe quelconque fermée convexe (C) de périmètre P, de surface S (voir figure 24). Soit (D) une droite d'équation :

$$x \cos \alpha + y \sin \alpha - r = 0 \qquad (6)$$

Soit $z(\alpha, r)$ la longueur de la corde coupée par C sur la droite D.

α et r varient dans un domaine de valeurs où D coupe toujours la courbe C. Si l'origine des coordonnées (x, y) est prise à l'intérieur de C, α varie entre 0 et π et r entre 2 valeurs $r_1(\alpha)$, $r_2(\alpha)$. Dans le plan (r, α) le point de coordonnées r et α est alors situé dans un contour Ω (figure 24b).

La probabilité pour que α et r aient une valeur donnée est alors :

$$d^2 F(\alpha, r) = \frac{dr\, d\alpha}{\iint_\Omega dr\, d\alpha} \tag{7}$$

Calculons l'intégrale double qui est au dénominateur :

$$\iint_\Omega dr\, d\alpha = \int_0^\pi \left[r_1(\alpha) - r_2(\alpha) \right] d\alpha \tag{8}$$

Si l'on appelle ds un élément du contour C dont la normale fait un angle θ avec Ox :

$$r_1(\alpha) - r_2(\alpha) = 2 \int_C \cos(\theta - \alpha)\, ds \tag{9}$$

en inversant alors l'ordre des intégrations, il apparaît que :

$$\iint_\Omega dr\, d\alpha = P \tag{10}$$

La longueur moyenne de la corde du rectangle sera :

$$\lambda = \iint_{\Omega} z(\alpha, r) \; d^2 F(\alpha, r) = \iint_{\Omega} z(\alpha, r) \; \frac{dr \, d\alpha}{P} \tag{11}$$

$$= \frac{1}{P} \int_0^{\pi} d\alpha \int_{r_1(\alpha)}^{r_2(\alpha)} z(\alpha, r) \, dr = \frac{1}{P} \int_0^{\pi} d\alpha \, . \, S = \frac{\pi \, S}{P} \tag{12}$$

Dans le cas du rectangle, on aura donc :

$$\boxed{\lambda = \frac{\pi}{2} \; \frac{L \times \ell}{L + \ell}} \tag{13}$$

b) Schéma booléen

Construisons maintenant un schéma booléen tel que l'a défini Matheron (26). Pour cela, plaçons le motif de base de la figure 21 en chaque point de la réalisation dans le plan d'un processus de Poisson défini par sa moyenne θ . L'orientation du motif placé en chaque point de cette réalisation est donnée par un angle également probable dans l'intervalle $(0, 2\pi)$. Les motifs peuvent ainsi se superposer en certains points ou laisser des espaces libres en d'autres.

On démontre par un calcul de probabilités (26) que la covariance de la figure obtenue (figure 25) est :

$$C(h) = 1 - 2q + q^2 e^{\theta K(h)} \tag{14}$$

dont la valeur moyenne est $q = e^{-K(o)} = e^{-\theta S}$

Il résulte de cette relation que C (h) et K (h) passent par des maxima pour les mêmes valeurs de h (les dérivées C' (h) et K' (h) ont en effet les mêmes zéros). La valeur moyenne de la corde du rectangle de base $\lambda = \frac{\pi}{2} \frac{L\ell}{L+\ell}$ correspond donc à un maximum de C (h).

Dans les 2 modèles que nous venons de développer, le maximum du covariogramme C (h) est atteint pour une valeur de h égale à λ, corde moyenne du rectangle qui constitue le motif de base des structures dendritiques. Ces 2 modèles sont les cas extrêmes entre lesquels se placent les structures réelles. On peut donc admettre que le même résultat s'applique à ces structures.

Nous proposons une nouvelle mesure de l'intervalle interdendritique λ qui tient compte de l'ensemble de la structure qui se présente sur l'échantillon : elle est un peu supérieure à celle que l'on mesure habituellement ℓ qui représente l'intervalle le plus petit entre 2 dendrites voisines. En admettant que les dendrites peuvent être représentées par un motif de base rectangulaire, les mesures de ℓ à l'oeil nu et de λ à l'analyseur de textures permettent d'estimer les dimensions principales du rectangle. Dans notre cas, sa longueur vaut 2 à 3 fois sa largeur.

4/ Méthode de mesure et résultats.

L'analyseur de textures (25) permet d'effectuer automatiquement le calcul du covariogramme d'une figure. Nous l'avons utilisé, en réalisant des pointés aux noeuds d'un réseau de maille rectangulaire (100, 67 ou 33 µ dans la direction du balayage, 175 µ dans la direction perpendiculaire). Ainsi pour la figure 19a, nous avons obtenu le covariogramme de la figure 26 qui présente un minimum à 227 µ et un maximum à 455 µ . Ce covariogramme est obtenu dans une direction donnée α . En faisant varier α , nous avons pu constater que le covariogramme restait identique, ce qui prouve que la figure est isotrope à grande échelle (ceci n'est plus vrai à l'échelle du grain).

La précision sur la détermination du maximum n'est limitée que par la distance des pointés (33 µ avec l'appareil dont nous disposions). Par lissage de la courbe obtenue par points, on peut penser améliorer légèrement la précision et on peut présenter une précision de l'ordre de $\pm$ 10 µ pour le covariogramme de la figure 19a.

Nous avons utilisé la formule (13) pour évaluer le rapport L/ℓ à partir des mesures de ℓ (I 1/ c) et des mesures de λ précédemment décrites. Dans le cas de la figure 19 , nous avons trouvé $\lambda = 455\ \mu$ et $\ell = 415\ \mu$, ce qui correspond à une valeur de 1,1 pour le rapport λ / ℓ . En se reportant à la figure 27 qui représente la formule (13), on obtient la valeur correspondante de $L/\ell = 2,3$. On ne peut malheureusement pas vérifier cette valeur avec une bonne précision car les mesures de L sont pratiquement impossibles. Toutefois, on peut dire que l'ordre de grandeur est exact, car les distances entre alignements sont 2 à 3 fois supérieures à la distance entre 2 dendrites d'un même alignement.

Notre modèle n'implique pas que les dendrites croissent avec un intervalle plus grand dans une direction que dans l'autre, mais il signifie que, pour tenir compte des désorientations des dendrites à grande échelle, il vaut mieux considérer les dendrites comme des motifs rectangulaires que des carrés.

En conclusion, nous avons ainsi établi une nouvelle mesure de l'intervalle interdendritique λ qui tient compte de l'ensemble de la structure qui se présente sur l'échantillon : nous obtenons ainsi une valeur supérieure à celle que l'on mesure habituellement ℓ qui représente l'intervalle le plus petit entre 2 dendrites voisines.

*

* *

II. INFLUENCE DE LA VITESSE DE SOLIDIFICATION SUR LA DISTANCE INTERDENDRITIQUE.

Nous avons déjà indiqué quels problèmes nouveaux posait à l'aciériste l'utilisation de la coulée continue. Or nos connaissances sur les relations entre les conditions de solidification et les caractéristiques de la structure obtenue sont très sommaires. Nous avons donc décidé d'effectuer au laboratoire des solidifications contrôlées d'aciers industriels dans un double but :

. apporter quelque contribution à la connaissance des relations entre paramètres d'élaboration et structure : essentiellement entre distance interdendritique et vitesse de solidification.

. essayer d'utiliser ces résultats pour évaluer la forme du puits liquide dans une billette industrielle.

Avant d'aborder ce dernier point, nous allons présenter les résultats obtenus sur le premier en laboratoire.

1/ Etude bibliographique.

a) Paramètres principaux de la solidification.

Par suite de la très grande variété des méthodes expérimentales utilisées, de nombreuses grandeurs peuvent caractériser le comportement du système en cours de solidification. Une telle diversité ne facilite ni la comparaison des résultats, ni la tâche des théoriciens. Deux types principaux de méthode existent pour étudier la solidification : l'analyse thermique et la solidification unidirectionnelle. Certains auteurs essaient de trouver des lois à partir d'observations faites sur des lingots.

1. *Analyse thermique :*

Un thermocouple placé dans un bain métallique en cours de solidification fournit un enregistrement tel que celui de la figure 28, où l'on a reporté les principales grandeurs mesurables.

La surfusion ΔT est surtout importante dans le cas des corps purs où elle est nécessaire pour l'observation de dendrites. Weinberg et Chalmers (29) (30) ont effectué des expériences sur un grand nombre de métaux purifiés. Kamenetskaya (31), Kattamis et Flemings (32) ont effectué le même type d'expérience sur un grand nombre d'alliages : ils ont observé que la structure était plus fine dans le cas où la surfusion était importante.

Une autre grandeur mesurable par analyse thermique est la vitesse de refroidissement v_r . Ce facteur a été utilisé par Ibaraki (33), Drouzy et Mascré (34), ainsi que Kohn (35).

Le temps de solidification local, t_f, c'est-à-dire le temps de solidification d'une dendrite, peut être obtenu de la façon suivante : on trace la tangente à la courbe de refroidissement, ce qui permet de préciser la position du solidus S. On prolonge le palier du liquidus qui coupe la droite précédente au point M. Le temps qui sépare M et S correspond au temps de passage du liquidus au solidus, c'est-à-dire au temps de croissance d'une dendrite.

Ce facteur a été utilisé par Flemings (23) (36) dans le cas d'alliage Al - Cu à 4,5 % de Cu. Par la suite, cet auteur a proposé un modèle de grossissement des dendrites par maintien d'un certain temps de l'alliage à une température intermédiaire entre le liquidus et le solidus (37). Ses expériences confirment la validité du modèle et l'utilité de ce facteur.

2. *Solidification unidirectionnelle :*

Lorsque la solidification est dirigée, on peut définir une vitesse de déplacement du front R qui est, en général, prise égale à la vitesse de sortie de l'échantillon de la zone chaude. Ceci n'est qu'une approximation et la vitesse de solidification varie, en général, du début à la fin de l'expérience. Davies (38), Langenberg (39), Brown et Adams (40) (41) (42) ont utilisé cette méthode.

Dans ces expériences, il est également possible de mesurer le gradient thermique dans le liquide G en y laissant plonger 2 thermocouples. Cette valeur est différente du gradient qui existe dans la zone qui est en cours de solidification G_m, mais elle peut en constituer une bonne approximation.

Il est alors possible de calculer dans le cas d'une solidification unidirectionnelle les valeurs des paramètres introduits précédemment, par les relations suivantes qu'il est facile d'établir :

$$v_r = R\,G_m \qquad (15)$$

$$t_f = \frac{\Delta Ts}{v_r} = \frac{\Delta Ts}{R\,G_m} \qquad (16)$$

3. Solidification de lingots :

En supposant connue la loi de solidification d'un lingot, c'est-à-dire la relation entre la position du front de solidification et le temps, il suffit de connaître la forme des dendrites en différents points du lingot pour en déduire des lois de croissance. Le paramètre utilisé est alors la position d'un point dans le lingot.

Si la loi de solidification est de la forme $x = K\sqrt{t}$ où t est le temps et K une valeur constante, on peut trouver la relation entre la position x dans le lingot et la vitesse de solidification R :

$$R = \frac{d\,x}{d\,t} = \frac{k^2}{2\,x} \qquad (17)$$

Alexander et Rhines (43), Michael et Bever (44), Ahearn et Quigley (45) ont utilisé cette méthode.

Voyons quels sont les résultats expérimentaux et théoriques présentés par les différents auteurs.

b/ Relations expérimentales .

Les lois qui sont déterminées expérimentalement font intervenir des coefficients numériques qui ne sont pas simples. On peut citer, par exemple, la loi de Brody, Bower et Flemings (23) qui est relative à des alliages aluminium-cuivre à 4,5 % de cuivre. Elle fait intervenir le facteur temps de solidification local t_f et est de la forme :

$$\lambda = 7,5 \; t_f^{\;0,39} \qquad (18)$$

où λ est exprimé en μ et t_f en s.

Un grand nombre d'expériences faites dans différentes conditions vérifient cette loi.

On peut citer également les expériences de Ibaraki (33) qui, en prenant pour facteur la vitesse de refroidissement, a trouvé la loi :

$$\lambda = K \; v_r^{\;-0,25} \qquad (19)$$

Horwath et Mondolfo (46) ont étudié des alliages aluminium cuivre hypo- et hyper-eutectiques. Ils ont obtenu une loi de la forme :

$$\lambda = A \, e^{B \, \mathrm{Log} \, v_r} + C \, M \qquad (20)$$

où A, B, C sont des coefficients numériques, λ l'intervalle interdendritique , v_r la vitesse de refroidissement et M la fraction molaire de l'élément en solution. Cette loi montre que, même si la vitesse de refroidissement est très grande, il existe une limite au delà de laquelle l'intervalle interdendritique ne pourra pas descendre.

Brown et Adams (40) dans le cas d'alliages à base d'aluminium, Adams et Rohatgi (42) dans le cas de l'eau, Langenberg (39) dans le cas d'alliages ternaires Fe - C - Cr, ont montré qu'on pouvait vérifier la loi :

$$\boxed{\lambda^2 R = \text{constante}} \qquad (21)$$

Ceux qui ont observé les variations de λ en fonction de la distance à la peau du lingot x, ont trouvé une relation de proportionnalité entre λ et x (43) (44) (45). Ils en ont déduit, en utilisant la relation (17), la loi :

$$\boxed{\lambda R = \text{constante}} \qquad (22)$$

c) Relations théoriques

Brown et Adams (40) justifient la loi de la formule (21) de la façon suivante :

Soit Δt_s le temps que met une dendrite à se solidifier, c'est-à-dire le temps qui sépare le passage du liquidus de celui du solidus lorsque la vitesse de déplacement des 2 fronts est R et lorsque le gradient moyen est G_m (voir figure 29). Si ΔT_s est l'écart de température entre le liquidus et le solidus :

$$\Delta t_s = \frac{\Delta T_s}{R\, G_m} \qquad (23)$$

Soit Δt_d le temps que met un atome de soluté à diffuser du centre au bord d'une dendrite. Si ΔC est la différence de composition entre ces 2 points et D le coefficient de diffusion :

$$\Delta t_d = \frac{\lambda/2}{\frac{D}{C} \frac{\Delta C}{\lambda/2}} = \frac{\lambda^2 C}{4 D \Delta C} \qquad (24)$$

En identifiant alors ces 2 temps, on obtient la relation :

$$\lambda^2 R G_m C = \frac{4 D \Delta T_s^2}{m} \qquad (25)$$

où l'on peut voir facilement le rôle des différents facteurs sur l'intervalle interdendritique.

On doit remarquer cependant que l'on ne peut pas prévoir par cette théorie le rôle d'un élément d'alliage supplémentaire qui modifie le coefficient de diffusion, si le rôle de la tension superficielle de l'alliage qui modifie considérablement la forme des dendrites Kirkaldy (47) (48) propose d'utiliser le principe de vitesse de production d'entropie minimum, pour définir la morphologie du front de transformation. Dans le cas de la solidification de cellules, il prévoit une relation de la forme (22), mais dans le cas de la solidification dendritique, les calculs mathématiques sont trop complexes.

Cette étude bibliographique nous montre que les lois de solidification présentées sont très nombreuses et en contradiction les unes avec les autres. C'est pourquoi nous avons entrepris l'étude expérimentale suivante.

2/ Méthode expérimentale

Nous avons adopté une méthode de solidification unidirectionnelle à vitesse constante en déplaçant l'échantillon par rapport au four. La figure 30 représente l'ensemble du dispositif expérimental qui comprend :

- 1 générateur hautes fréquences de 10 kW,
- 1 four de solidification sous atmosphère d'argon purifié que nous allons décrire plus en détail,
- 1 circuit de purification de l'argon (four à copeaux de magnésium portés à 450° C),
- 1 enregistreur type MECI à 4 voies pour repérer la température indiquée par des thermocouples.

a) Four de solidification unidirectionnelle (figure 31).

Le four de solidification unidirectionnelle comprend :

- un socle de laiton refroidi à l'eau qui peut être déplacé à vitesse constante à l'aide d'une crémaillère. Sur ce socle cylindrique on place un barreau échantillon de 32 mm de diamètre et 120 mm de hauteur et son creuset sans fond en alumine pure Morgan. Le bas du barreau refroidi par le socle reste solide et assure l'étanchéité.

- un élément chauffant constitué par une feuille de molybdène qui entoure le creuset et est maintenu à l'aide d'éléments réfractaires en mullite. Cet élément reste fixe, alors que l'échantillon descend à vitesse constante. La feuille de molybdène est chauffée par induction au moyen d'une spire couplée au générateur haute fréquence. L'expérience nous a montré que cette feuille de molybdène était nécessaire pour l'obtention d'un front de solidification plan, aux dendrites près, et la réduction des courants de convection dans le liquide. En l'absence de cette feuille, les dendrites ne sont plus orientées.

- un tube de silice maintenu par deux têtes refroidies à l'eau.

Par la tête supérieure, on introduit 3 gaines de 5 mm de diamètre contenant des couples Pt/Pt Rh 10 %. Ces gaines en alumine pure Degussit sont placées au début de l'expérience , dans le métal liquide, aux niveaux - 75, - 60, - 45 mm, à partir du haut. Pour éviter les chocs thermiques, elles sont placées dans des trous percés dans l'échantillon avant le chauffage. Par la tête du bas, on tire l'échantillon sur son socle, Le gaz circule à l'intérieur de cet ensemble du haut vers le bas.

b) Mode opératoire

Lorsqu'on descend l'échantillon à vitesse constante, le front de solidification ne garde pas obligatoirement une position fixe par rapport au four. Le bilan thermique à l'interface solide-liquide s'écrit en effet sous la forme :

$$L \frac{d\xi}{dt} = (K_S G_S - K_L G_L)_\xi \qquad (26)$$

où ξ repère la position du front de solidification, L est la chaleur latente de solidification, $K_{S,L}$ la conductibilité thermique du solide et du liquide, $G_{S,L,\xi}$ les gradients thermiques dans le solide et dans le liquide au niveau du front de solidification.

En première approximation, on peut considérer que :

$$(G_L)_\xi = 0 \qquad (27)$$

et que :

$$(G_S)_\xi \simeq \frac{T_F - T_P}{\xi} \qquad (28)$$

où T_F est la température de fusion,

et T_P la température du bas du barreau refroidi.

Dans ces conditions, et en admettant que la température T_P reste constante et égale à 500° C, la vitesse de solidification varierait du bas au haut du barreau de 66 cm/h (ξ = 1 cm) à 6,6 cm/h (ξ = 10 cm).

En réalité, les relations (27) et (28) sont inexactes. Le gradient dans le solide au niveau du front de solidification est supérieur à $\frac{T_F - T_P}{\xi}$, et l'on peut écrire :

$$\frac{d\xi}{dt} = \frac{K_S}{L} \frac{T_F - T_P}{\xi} + a \ P \qquad (29)$$

où P est la puissance du générateur et a un coefficient. Si l'on place un thermocouple très près de l'interface solide-liquide et si l'on fait varier la puissance P de façon à maintenir constante sa température, on peut considérer que :

$$\frac{d\xi}{dt} = R \quad \text{vitesse de descente de la crémaillère} \qquad (30)$$

Grâce à un autre thermocouple placé à 1,5 cm du premier, il est possible d'évaluer le gradient thermique dans le liquide et de calculer à tout moment la position du front de solidification. Sur la figure 32, on peut voir l'enregistrement de température obtenu au cours d'une expérience conduite à grande vitesse (94 cm/h). A partir du moment où l'on met en route le moteur d'entraînement, la température indiquée par le thermocouple le plus bas (1550° C) commence à monter ; nous avons corrigé ceci en diminuant la puissance du générateur et après 1 mn 30 s d'essai la température était à nouveau de 1550° C, alors que 2,5 cm de métal était solidifié. Comme on peut le voir sur la figure 33, le gradient thermique dans le liquide était dans cette expérience de 25°/cm avant le début de la solidification. Après la solidification de 2,5 cm, il n'avait pas beaucoup varié. La position du front de solidification était donc sensiblement la même par rapport aux thermocouples.

Toutefois l'imprécision dans la position exacte des thermocouples et l'imprécision de la mesure elle-même nous obligent à formuler certaines réserves sur la valeur réelle de la vitesse de solidification. Nous sommes sûrs que celle-ci est bien restée constante au cours de la manipulation, puisque les structures montrent que l'intervalle interdendritique varie peu du bas au haut de l'échantillon (figure 20). Nous proposons une précision relative de 20 %.

Nous avons également effectué pour les faibles vitesses d'autres vérifications : à un instant donné, nous avons perturbé le déplacement de l'échantillon. Ceci s'est traduit par un marquage du front qui est visible sur la structure du métal solide. On a pu ainsi confirmer la précision de 20 % annoncée précédemment.

3/ Résultats expérimentaux

L'acier que nous avons étudié avait été prélevé dans un tronçon de billette de coulée continue de nuance XC 35. Nous en avons légèrement modifié la composition au cours de nos expériences, comme on peut le juger par le tableau II d'analyses suivant :

Tableau II

Analyse en %	barreau 1 avant solidification unidirect.	barreau 1 après solidification unidirect.	barreau 2 avant solidification unidirect.	barreau 2 après solidification unidirect.
C	0,345	0,346	0,360	0,338
Mn	0,574	0,548	0,570	0,560
Si	0,294	0,292	0,292	0,294
P	0,007	0,007	0,007	0,006
Al_{total}	0,0265	0,032	0,0265	0,0028
N	0,0113	0,0053	0,0101	0,0068
O (fusion réduct. à 1700°)	0,0053 0,0042	0,0015 0,0021	0,0048 0,0048	0,0006 0,0014

Toutefois, seules les différences de concentration en oxygène et en azote sont importantes, puisque, très grossièrement, la première a été divisée par 5, la deuxième par 2 au cours des expériences. La concentration des autres éléments n'a pratiquement pas changé.

Pour cet acier, nous avons effectué 10 expériences à différentes vitesses. Les résultats sont rassemblés dans le tableau III ci-dessous où nous donnons les variations de ℓ (mesure faite à l'oeil suivant la méthode I 1/ c), les variations de λ (mesure faite à l'analyseur de textures suivant la méthode I 4/), les valeurs de λ/ℓ et les valeurs de L/ℓ calculées par la formule (13).

Tableau III

Expérience n°	Rcm/h	λ (μ)	ℓ (μ)	λ/ℓ	L/ℓ
1	2,5	650	560	1,15	2,5
2	4,7	540	480	1,10	2,3
3	7	500	420	1,20	3,0
4	9,4	455	380	1,20	3,0
5	14	400	350	1,15	2,5
6	18,8	380	320	1,20	3,0
7	37,6	320	290	1,10	2,3
8	47	280	280	1,00	1,8
9	94	260	250	1,05	2,0
10	97	240	250	0,95	1,5

On ne peut dire a priori quelle est la valeur de l'intervalle interdendritique (λ ou ℓ) à utiliser pour le relier à la vitesse de solidification. Sur la figure 34a, nous avons porté λ et ℓ en fonction de $R^{-1/2}$. La droite qui passe par les points de coordonnées (ℓ, $R^{-1/2}$) ne passe pas par l'origine ; elle peut être représentée par une relation de la forme :

$$\ell = 600 \; R^{-1/2} + 190 \qquad (31)$$

Les points de coordonnées (λ , $R^{-1/2}$) ne sont pas alignés.

Dans des coordonnées logarithmiques, on peut facilement déterminer les coefficients λ_o et α d'une loi de la forme $\lambda R^{\alpha} = \lambda_o$. Sur la figure 34 b, on a porté log λ et log ℓ en fonction de log R. Les points de coordonnées (log ℓ, log R) ne sont pas alignés, alors que les points de coordonnées (log λ, log R) sont alignés sur une droite dont l'équation est :

$$\log \lambda = - 0{,}26 \log R + 2{,}9 \qquad (32)$$

qui peut s'écrire sous la forme :

$$\lambda = 810 \; / \; R^{0{,}26} \qquad (33)$$

Comme nous l'avons déjà indiqué, l'erreur absolue possible sur la mesure de λ est de l'ordre de 10 μ , mais l'erreur relative sur la mesure de R est importante, de l'ordre de 20 % : les difficultés expérimentales rencontrées ne nous permettent pas d'espérer mieux. Dans le cas où ces erreurs sur R seraient faites dans le sens d'une réduction à faible vitesse et d'une augmentation à forte vitesse, la loi de la formule (33) pourrait être de la forme :

$$\lambda = 950 \; / \; R^{0{,}33} \qquad (34)$$

On peut voir cette loi représentée sur la figure 34 b.

4/ Discussion

Nos résultats ne sont pas conformes à la théorie de Brown et Adams (40). Cette théorie qui est fondée sur des hypothèses simples devrait être améliorée pour être compatible avec nos expériences.

Pour analyser rigoureusement ce problème, on devrait en fait utiliser les méthodes développées dans le domaine des transformations à l'état solide, de la décomposition de l'austénite plus particulièrement (47) (49). Ces méthodes s'appuient sur une analyse de transfert de chaleur et de matière au voisinage du front de la transformation.

Pour nous, il faudrait considérer deux milieux séparés par un interface de forme inconnue (voir figure 35). Dans des axes liés au déplacement du front, on peut écrire :

$$\left.\begin{aligned}
&\frac{\partial^2 T_L}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T_L}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T_L}{\partial z^2} - \frac{R}{D}\,\frac{\partial T_L}{\partial x} = 0 \\
&\frac{\partial^2 T_S}{\partial x^2} + \cdots\cdots = 0 \\
&\frac{\partial^2 C_L}{\partial x^2} + \cdots = 0 \\
&\frac{\partial^2 C_S}{\partial x^2} + \cdots = 0
\end{aligned}\right\} \quad (34)$$

avec pour conditions aux limites :

$$\left.\begin{aligned}
&x = x_1 \qquad T = T_1 \qquad C_L = C_1 \\
&x = x_2 \qquad T = T_2 \qquad C_S = C_2 \\
&\begin{cases} x = \xi \\ y = \phi \end{cases} \qquad T = T_f\,(\sigma, r) \qquad C_S = KC_L = K\,(C_o - mT_L) \\
&\qquad LR = D_T \left[\left(\frac{\partial T_L}{\partial x}\right)_\xi - \left(\frac{\partial T_S}{\partial x}\right)_\xi \right] \\
&\qquad R\,(C_L - C_S) = D_{CL} \left(\frac{\partial C_L}{\partial x}\right)_\xi - D_{CS} \left(\frac{\partial C_S}{\partial x}\right)_\xi
\end{aligned}\right\} \quad (35)$$

Une telle méthode tiendrait compte des tensions superficielles qui modifient la température de solidification. Malheureusement, il n'existe pas de solution analytique, ni numérique par la méthode des différences finies, car on ne sait pas résoudre les problèmes qui font apparaître des conditions aux limites qui ne soient pas des conditions initiales.

Nous avons essayé de simplifier le problème et d'en chercher une solution approchée.

En ne tenant compte que de la diffusion à l'état liquide et en utilisant pour simplifier les notations des représentations vectorielles :

$$\nabla^2 C_L - \frac{R}{D} \frac{\partial C_L}{\partial x} = 0 \qquad (36)$$

On peut trouver une solution à cette équation (36) de la forme :

$$C_L = C_o + C_m \, e^{-\frac{x}{b}} \, P\,R \left\{ e^{i \vec{\beta} . \vec{r}} \right\} \qquad (37)$$

où $P\,R \left\{ \ldots \right\}$ signifie partie réelle de ...

$\vec{r}$ est le rayon vecteur associé à un point M quelconque

$\vec{\beta}$ est le vecteur d'onde dont le module représente la fréquence des oscillations observées. L'intervalle interdendritique est alors $\lambda = \frac{2\pi}{|\vec{\beta}|}$

Dans le cas où $\vec{\beta}$ n'a pas de composante dans la direction de croissance $O\vec{x}$,

$$\frac{\partial C}{\partial x} = - \frac{C\,m}{b} \, e^{-\frac{x}{b}} \, P.R. \left\{ e^{i \vec{\beta} . \vec{r}} \right\} \qquad (38)$$

$$\nabla^2 C_L = - C_m \, e^{-\frac{x}{b}} \, \text{P.R.} \left\{ e^{i \vec{\beta} \cdot \vec{r}} \right\} \times \left(|\vec{\beta}|^2 - \frac{1}{b^2} \right) \qquad (39)$$

L'équation (36) entraîne alors :

$$\boxed{|\vec{\beta}|^2 = \frac{1}{b} \left(\frac{R}{D} + \frac{1}{b} \right)} \qquad (40)$$

On peut admettre physiquement que b, longueur de la zone de diffusion, en avant du front, ne dépend que du régime hydrodynamique du liquide et ne dépend pas de la vitesse R. L'ordre de grandeur de 1/b (1 cm^{-1} par exemple) est inférieur à celui de R/D (100 cm^{-1}). On peut donc mettre (38) sous la forme simplifiée :

$$\boxed{\frac{|\vec{\beta}|^2 \, D}{R} = \text{constante}} \qquad (41)$$

On retrouve alors la loi de Brown et Adams, mais par une autre méthode où le gradient thermique G_m au niveau du front n'intervient pas.

Dans le cas où $\frac{1}{b}$ n'est pas négligeable devant $\frac{R}{D}$, l'équation (40) ne peut suffire pour déterminer l'intervalle interdendritique. Il faudrait alors trouver une relation supplémentaire entre ω, b, R... pour résoudre le problème. Cette relation pourrait être fournie par l'utilisation du critère de vitesse de production d'entropie minimum (48), mais les calculs mathématiques sont trop complexes pour l'écrire.

De plus, la diffusion thermique peut modifier la loi et une solution plus rigoureuse du système d'équations (34) (35) pourrait nous conduire à la loi expérimentale que nous avons trouvée.

En résumé, il existe deux interprétations possibles pour expliquer la loi que nous avons trouvée expérimentalement : la première, celle de Brown et Adams s'appuie sur un modèle simple du front de solidification et la comparaison du temps de diffusion au temps de solidification. La deuxième essaie de prévoir directement la forme en trouvant une solution périodique dans le champ de diffusion du liquide. La première interprétation fait intervenir le gradient thermique moyen au niveau du front, alors que la deuxième ne le fait pas intervenir. Mais les 2 méthodes conduisent à des lois de la forme λ^2 R = constante qui ne sont pas compatibles avec nos résultats, car elles s'appuient sur des hypothèses simplificatives trop nombreuses.

Nos expériences nous ont conduits à une loi de la forme $\lambda = 810 / R^{0,26}$ (33) qui est relative à un acier à 0,35 % de carbone et un gradient thermique dans le liquide de l'ordre de 25°/cm.

*

* *

III. ESSAI DE DETERMINATION EXPERIMENTALE DU PROFIL DE SOLIDIFICATION DE COULEE CONTINUE.

1/ Résultats expérimentaux.

Pour une même nuance d'acier, nous avons ensuite mesuré les intervalles interdendritiques dans 2 sections de billettes de coulée continue et en avons déduit le profil de solidification en utilisant la loi exprimée par la formule (33). Cette méthode n'est valable que sous certaines réserves que nous allons développer.

a) Hypothèses de travail

L'analyse des billettes étudiées nous a fourni les résultats présentés sur le tableau IV.

Tableau IV

Composition en %	Billette 1	Billette 2
C	0,355	0,450
Mn	0,572	0,660
Si	0,292	0,280
P	0,007	0,008
Al_{tot}	0,0195	0,0315
N	0,0104	0,0110
O	0,0058 0,0061	0,0048 0,0048

La billette (1) avait la même composition que les échantillons de solidification unidirectionnelle avant que celle-ci ne soit effectuée. Nous avons vu en II 3/ que seule la teneur en N et O avait été modifiée par les expériences. Cette billette (1) avait en fait été utilisée pour les prélèvements des barreaux échantillons des expériences de solidification unidirectionnelle.

La billette (2) avait une composition en carbone légèrement supérieure à celle des barreaux de solidification unidirectionnelle, mais elle avait fait l'objet d'une détermination du front par la méthode des radiotraceurs (50). Nous avons tout de même cherché à appliquer notre méthode à cette billette, pour comparer les résultats obtenus.

Les gradients thermiques qui existent dans une coulée continue sont, au niveau du liquide, beaucoup plus faibles que ceux de nos expériences de solidification unidirectionnelle. Dans nos expériences, le gradient était de l'ordre de 30°/cm. Dans une lingotière de coulée continue, il est très difficile à mesurer : seule la surchauffe du métal liquide peut être mesurée. On admet que cette dernière est de l'ordre de quelques degrés mais on ne sait pas comment elle est évacuée.

Enfin les structures dendritiques de coulée continue ne sont comparables à celles de solidification unidirectionnelle que dans une région assez limitée de la billette. La zone de peau trempée n'a pas une orientation bien définie et les dendrites sont beaucoup plus fines que celles que nous avons obtenues dans nos expériences de laboratoires. La zone basaltique se ramifie à partir d'une certaine distance et ces ramifications compliquent beaucoup la notion d'intervalle interdendritique. Enfin, la zone équiaxe ne peut évidemment pas être comparée aux structures basaltiques des expériences de solidification unidirectionnelle.

Malgré toutes les réserves que nous venons d'émettre, nous avons pu réaliser les mesures suivantes et obtenir une approximation de la position du front de solidification dans la zone basaltique.

b) Variation de l'intervalle interdendritique le long du rayon d'une billette de coulée continue.

Dans le cas de la première billette, la longueur de la zone basaltique était de 3,8 cm. Nous avons effectué des découpages fins perpendiculaires à la direction du flux de chaleur. Nous n'avons pas fait la mesure de λ à l'analyseur de textures pour une raison pratique (taille des échantillons trop petite).

Nous avons donc effectué les mesures de λ à la règle en coupant le motif par quelques droites aléatoires et effectuant la moyenne des intervalles rencontrés, comme le fait l'analyseur de textures. Dans la région ramifiée de la zone basaltique cette mesure de λ est possible en négligeant les ramifications et en ne tenant compte que des motifs cruciformes principaux. Cette opération est très délicate comme l'on peut s'en rendre compte en se reportant à la figure 18 b .

Dans le cas de la 2ème billette, la zone basaltique avait une longueur de 4,5 cm. Nous avons pu effectuer les mesures de λ à l'analyseur de textures, mais dans la zone ramifiée, le covariogramme avait l'aspect donné par la figure 36 . Il n'était plus possible de l'interpréter. Nous avons dû alors effectuer des estimations, délicates par ailleurs et non objectives, de λ. Comme on peut le voir sur le tableau (V) des résultats, les mesures de λ à l'analyseur et les mesures de λ à la règle sont voisines .

Les résultats obtenus sont reportés sur le tableau (V) suivant.

Tableau V

Première billette		Deuxième billette		
distance à la peau mm	λ mesuré à la règle µ	distance à la peau mm	λ mesuré à la règle µ	λ mesuré à l'analyseur µ
2,5	125	1	70	60
5	125	4,5	100	100
7,5	180	7,5	100	125
10	220	10	125	125
15	250	13	150	200
20	380	17	200	200
25	480	22	300	270
30	620	27	350	320
35	750	32	500	mesure impossible à cause des ramifications.
		38	500	
		43	500	

Nous avons porté sur les figures 37a et 37b les résultats obtenus. On peut remarquer que les mesures de λ faites à la règle et à l'analyseur de textures sont très voisines dans le cas de la deuxième billette. Ceci justifie les mesures de la première billette.

c) Calcul du profil de solidification.

En un point situé à la distance x de la peau de la billette, où l'intervalle interdendritique est λ (x), nous admettons que la vitesse de solidification est celle trouvée expérimentalement par nos expériences de solidification unidirectionnelle. C'est-à-dire :

$$R\ (x) = \left(\frac{810}{\lambda\ (x)}\right)^{3,85} \qquad (42)$$

De l'équation (42), on peut déduire par intégration le temps t mis pour que le front atteigne la position x, repérée par rapport à la peau :

$$t = \int_{o}^{x} \left(\frac{\lambda\ (x)}{810}\right)^{3,85} dx \qquad (43)$$

On en déduit la profondeur Y du puits correspondante, connaissant la vitesse d'extraction V, par la relation :

$$Y = V\ t \qquad (44)$$

Le calcul a été effectué sur machine par la méthode des différences finies, en utilisant les résultats numériques de b). La vitesse d'extraction V a été prise égale à 1,7 m/mn.

Le profil de solidification que l'on obtient ainsi ne se ferme pas, ce qui est dû à la formation de la zone basaltique. De plus, nous avons dû arrêter l'intégration quand les ramifications sont apparues dans la zone basaltique : si on ne le faisait pas, la profondeur du puits serait en effet invraisemblable. Cette transition se produit après une épaisseur solidifiée de 2,5 cm dans le cas de la première billette et de 3,2 cm dans le cas de la deuxième billette. Au delà de ce point qui correspond à un niveau de 5 m environ, d'après nos calculs, nous avons donc prolongé linéairement les courbes obtenues. Celles-ci sont visibles sur la figure 38 où l'on peut voir que les résultats ne sont pas très différents pour les 2 billettes étudiées, sauf dans la première partie de la solidification. Toutefois, les vitesses de solidification dans cette zone correspondent à un domaine d'extrapolation de la loi que nous avons trouvée et nous ne pensons pas qu'il soit permis d'attacher une grande précision aux résultats trouvés.

La profondeur totale du puits que nous proposons pour la fermeture complète de la zone basaltique est de 11 m. Pour étudier l'influence d'une éventuelle erreur expérimentale dans la détermination de la loi reliant l'intervalle interdendritique à la vitesse de solidification, nous avons fait le calcul du profil avec la loi $\lambda = 950/R^{0,33}$. Comme on peut le voir sur la figure 38, cela ne nous a pas conduits à des écarts notables.

2/ Modèle mathématique.

Trois méthodes principales ont été proposées pour calculer le profil de solidification en coulée continue : celles de Pehlke (51), de Hills (52) (53), et de Mizikar (54). Elles sont fondées sur une analyse unidirectionnelle du transfert de chaleur et s'appliquent donc à une brame de grande largeur. Nous allons brièvement les rappeler.

a) Méthode de Pehlke.

La méthode de Pehlke est l'une des plus anciennes. Elle consiste à étudier le refroidissement d'une portion de volume de section unité et de longueur égale à la demi-épaisseur du produit. Cet élément de volume suit le déplacement de celui-ci dans la machine (voir figure 39).

Le bilan de cet élément de volume pendant un temps dt s'écrit :

$$\rho \left[C_L \left(T_L - T_F \right) + L \right] d\xi - \rho C_S \frac{T_F + T_P}{2} d\xi =$$

$$K \frac{T_F - T_P}{\xi} dt \qquad (45)$$

La condition aux limites sur la surface s'écrit :

$$k \frac{T_F - T_P}{\xi} dt = h T_P dt \qquad (46)$$

où ρ est la masse spécifique, C_L la capacité calorifique du liquide, T_L la température du liquide, T_F la température de solidification, L la chaleur latente, C_S la capacité calorifique du solide, T_P la température de paroi, ξ la position du front de solidification, K la conductibilité thermique du solide supposée constante en fonction de la température, h le coefficient de transfert de chaleur entre le lingot et le milieu extérieur (voir appendice 1).

En supposant que T_P est resté constant pendant le temps dt, que le profil des températures dans le solide est linéaire, et que la température du liquide reste constante, les équations (45) (46) sont valables.

Pehlke considère deux zones différentes de refroidissement dans la machine : le moule et le refroidissement secondaire.

b) Méthode de Hills.

Le modèle de Hills est fondé sur un bilan d'une tranche fixe par rapport à la lingotière à travers laquelle descendent les produits (voir figure 40).

Cette tranche a une section unité et une longueur égale à la demi-épaisseur du produit. Son bilan pendant dt s'écrit :

$$h\, T_P\,(y) = \frac{d}{dy} \int_o^{\xi} V\, \rho\, C_S\, T_S\,(x, y)\, dx + \rho\, V\, (L + C_L\, T_L)\, d\xi \qquad (46)$$

Pour résoudre cette équation, Hills propose une méthode originaire de la théorie de la couche limite en supposant que $T_S\,(x, y)$ est une fonction du troisième degré de x dont les coefficients sont fonction de y . On détermine ces coefficients en écrivant les 4 conditions aux limites suivantes :

$$\left.\begin{aligned}
T_S &= T_P\,(y) \text{ à } x = o \\
T_S &= T_F \quad \text{ à } x = \xi \\
\left.\frac{\partial T_S}{\partial x}\right)_{x=o} &= \frac{h}{K}\, T_P\,(y) \\
\left.\frac{\partial^2 T_S}{\partial x^2}\right)_{x=o} &= \frac{V \rho C}{K} \left.\frac{\partial T_S}{\partial y}\right)_{x=o}
\end{aligned}\right\} \qquad (47)$$

Le sens physique de ces relations est évident sauf pour la dernière qui est adoptée sans discussion. On a alors un système à 2 inconnues $T_p(y)$ et $\xi(y)$ qui sont déterminées par l'équation (41) et l'équation suivante (42) fournie par le bilan thermique à l'interface :

$$K \left.\frac{\partial T_S}{\partial z}\right|_{z=\xi} = \left[L + C_L (T_L - T_p)\right] \dot{\xi} \qquad (42)$$

Cette méthode ne présente que peu d'avantages par rapport à la précédente, car on peut se demander si un profil de température représenté par une fonction du troisième degré est plus proche de la réalité que celui de Pehlke. De plus, l'hypothèse de linéarité de Pehlke était justifiée par la possibilité d'un flux thermique constant dans le solide, alors que celle de Hills est plus discutable. L'élément le plus important de cette méthode est l'apparition d'une condition d'interface sous la forme de l'équation (42).

c) Méthode de Mizikar.

Mizikar admet que l'ensemble de la billette (solide + liquide) se comporte comme un milieu unique dont la chaleur spécifique varie rapidement au voisinage de la température de solidification T_p de façon à tenir compte de la chaleur latente de solidification. Il tient compte également des mouvements dans le liquide en modifiant le coefficient de conduction de chaleur.

Le bilan thermique d'un volume élémentaire fixe par rapport à des axes liés à la lingotière s'écrit alors :

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z}\left(K \frac{\partial T}{\partial z}\right) \qquad (43)$$

On reconnaît l'équation générale de la chaleur.

C et K dépendent l'un et l'autre de la température T. La condition aux limites valable sur la surface est :

$$h\, T_p\,(y) = K \left(\frac{\partial T}{\partial x} \right)_{x = 0}$$

Cette méthode représente mal ce qui se passe au front de solidification, puisqu'elle néglige la séparation des milieux liquide et solide, mais elle a été utilisée avec succès par certains auteurs (55) car elle se prête facilement au calcul machine par la méthode des différences finies. Les temps d'occupation de la machine sont cependant un peu longs, par rapport à la méthode de Hills, car il s'agit d'une équation aux dérivées partielles beaucoup plus difficile à intégrer.

Il n'est pas possible de choisir entre ces différents modèles par comparaison avec l'expérience, car le nombre de paramètres inconnus ou mal connus est tel qu'on peut toujours faire coïncider les résultats du modèle et ceux de l'expérience. On peut néanmoins remarquer que seul le modèle de Mizikar tient compte de l'équation de la chaleur, donc de l'élimination de chaleur du solide qui s'ajoute à celle de solidification. En outre, ces modèles unidirectionnels sont mal adaptés à l'étude de la solidification d'une billette de section carrée. Un modèle cylindrique unidirectionnel est certainement plus proche de la réalité, aussi allons-nous le développer.

d) Equations générales du modèle cylindrique.

Nous faisons les hypothèses suivantes :

1/ la température de l'acier liquide est constante et égale à la température de solidification de l'acier,

2/ on néglige l'écart entre température du solidus et température du liquidus en supposant que le front est bien plan et isotherme,

3/ on suppose que le transfert de chaleur avec l'extérieur est représenté par un terme proportionnel à la différence de température entre la peau et l'extérieur (ce dernier est, de plus, supposé à une température de 26° C). On a donc :

$\phi = h\,T_P$ où T_P est la température de peau du produit.

4/ on admet que les propriétés du solide ne varient pas avec la température (ρ = masse spécifique, C = capacité calorifique, K = conductibilité thermique).

Nous utilisons les notations déjà présentées et le même type de bilan que celui de Hills (voir figure 40), mais en coupe latérale, l'élément de volume est maintenant un secteur d'angle égal à 1 radian. On peut écrire son bilan global sous la forme suivante :

$$\frac{h\,T_P\,a}{\rho\,V\,C}\,dy = -\frac{H}{C}\,r_o\,dr_o - \left[\int_{r_o}^{a}\left[\frac{\partial}{\partial y}\,T_s\,(r,y)\right]r\,dr\right]dy \qquad (51)$$

La condition aux limites sur la surface est :

$$h\,T_P = K\left(\frac{\delta\,T_s}{\delta\,r}\right)_{r\,=\,a} \qquad (52)$$

Comme dans tout modèle global, nous ne pouvons résoudre ce système d'équations qu'en connaissant les variations de T_s en fonction de r.

Nous pouvons envisager 2 formes données a priori :

1) celle qui correspond à l'hypothèse de Pehlke du régime permanent dans le cas d'un cylindre :

$$T_S\,(r,\,y) = T_P\,(y) + \frac{T_F - T_P\,(y)}{\mathrm{Log}\,\frac{r_o}{a}}\,\mathrm{Log}\,\frac{r}{a} \qquad (53)$$

Cette forme peut convenir dans les premiers temps, mais est certainement fort loin de la réalité dans les derniers temps de la solidification. En effectuant le calcul complet du modèle avec h constant, on trouve en effet que la température de peau doit tendre vers 0 lorsque le front de solidification s'approche du centre, ce qui est inconciliable avec les observations expérimentales (figure 41).

2) celle qui se rapproche le plus des calculs effectués sur ordinateur en utilisant la méthode des différences et en résolvant l'équation de la chaleur (type Mizikar). De tels calculs ont été effectués à l'IRSID par M. MORILLON (56) et ont conduit à un profil sensiblement linéaire. C'est donc cette hypothèse que nous retiendrons :

$$T_s\,(r, y) = T_P\,(y) + \frac{a - r}{a - r_o}\,T_F - T_P \qquad (54)$$

En utilisant cette relation et en la reportant dans (51) et (52), on aboutit au système d'équations suivant :

$$Aw\,dv = \left[(w - 1)\frac{1 + 2u}{3} - 2\,C\,u\right] du + \frac{u^2 + u - 2}{3}\,dw \qquad (55)$$

$$w = \frac{1}{1 + 2B\,(1-u)}$$

Le programme de calcul correspondant est fourni en annexe (2) et nous avons représenté sur la figure (42) les résultats correspondant à différentes valeurs de h.

3/ Discussion des résultats

a) Comparaison avec les autres données expérimentales.

Nous pouvons remarquer une nette discordance entre nos résultats et ceux de Kohn (50) qui a utilisé un marquage par des produits radioactifs. A un instant donné, il introduit dans le métal liquide quelques pastilles d'or ou de tungstène radioactifs : les mouvements de convection répartissent presque aussitôt le corps qui tombe rapidement dans le fond du puits.

Pour un profil de 120 mm de côté et pour une vitesse d'extraction de 1,7 m/mn, il a trouvé une profondeur de puits de 5,50 m. Nous avons reporté sur la figure 38, le profil qu'il a proposé. Dans la lingotière, nous trouvons des vitesses de solidification très importantes sur une zone de contact assez courte (10 cm environ). La profondeur du puits que nous proposons est beaucoup plus importante (11 au lieu de 5,50 m).

Il est possible de comparer nos résultats à ceux que l'on peut mesurer dans le cas de percées. Celles-ci ne se produisent en général qu'au dessous de la lingotière, sur les premiers mètres solidifiés. Toutefois les constructeurs de machine de coulée continue placent les rouleaux extracteurs assez loin après la lingotière pour éviter de serrer la billette alors que le coeur en est encore liquide. La distance qui sépare les 2 ensembles est de 10 à 12 m suivant les types de machines. On peut admettre que la billette est complètement solide à ce niveau.

b) Comparaison avec le modèle mathématique.

A l'aide du modèle mathématique, nous pouvons évaluer h, coefficient de transfert de chaleur à la surface, en chaque point de la façon suivante. Reprenons le système d'équations (55) et éliminons $w = \frac{T_P(y)}{T_F}$. Nous obtenons :

$$\frac{A}{1 + 2B(1-u)}\, dv = \left[\left(\frac{1}{1 + 2B(1-u)} - 1\right)\frac{1+2u}{3} - 2Cu + \frac{2(u^2 + u - 2)}{3\left[1+2B(1-u)\right]^2}\right] du \qquad (56)$$

$$\text{or} \quad \frac{du}{dv} = \frac{1}{2v}\,\frac{dr_o}{dt} \qquad (57)$$

Il en résulte une relation entre h, $\frac{dr_o}{dt}$ c'est-à-dire λ, r_o de la forme :

$$\boxed{f(h, \lambda, r_o) = 0} \qquad (58)$$

que nous pouvons représenter graphiquement sur la figure 43. Nous avons de plus reporté sur cette figure 43, les valeurs des intervalles interdendritiques mesurés sur les 2 billettes de coulée continue étudiées.

On peut voir que ces valeurs ne sont pas sur une ligne à coefficient d'échange h avec l'extérieur constant. Au contraire, h semble varier de façon continue du haut en bas de la machine.

Au début, nous trouvons un coefficient d'échange qui est très élevé : il est peu probable qu'il dépasse la valeur de 0.100 cal/cm2/s/°C sur une grande longueur, car les bilans thermiques globaux de la lingotière montrent que le coefficient moyen dans la lingotière est de l'ordre de 0.0200 cal/cm2/s/°C , mais il est possible qu'il atteigne cette valeur sur une courte distance dans la lingotière, là où le contact entre le métal et le moule se fait à travers une lame d'huile ou de graphite très fine. Puis nous trouvons une zone où le coefficient d'échange a une valeur de 0.0040 cal/cm2/s/°C : c'est le coefficient qui paraît valable dans le refroidissement secondaire, mais il n'y a pas de palier à ce niveau et h diminue, jusqu'à une valeur inférieure à 0.0010 cal/cm2/s/°C. A partir de ce moment, il faut admettre que la solidification de la zone équiaxe perturbe en les augmentant les pertes thermiques : les pertes par radiation thermique assurent en effet un coefficient d'échange qui est supérieur à cette valeur minimum.

Nous pensons donc que notre méthode de détermination expérimentale du profil de solidification, n'est pas assez précise pour permettre d'effectuer de façon sûre la correction des données du modèle mathématique. Mais cela n'enlève rien à la généralité de la méthode.

En résumé, la détermination du profil de solidification en coulée continue par la mesure des intervalles interdendritiques n'est valable que très grossièrement. Nous avons insisté sur la nécessité d'appliquer la loi de solidification que nous avons trouvée à un acier de même nuance avec des gradients thermiques comparables. Nous avons rencontré des difficultés pour la mesure des intervalles interdendritiques à l'aide de l'analyseur de textures dans le cas où les dendrites sont ramifiées. Nous avons dû extrapoler la loi trouvée en 2/ à un domaine de vitesses dans lequel nous n'avons pu faire d'expériences. Malgré ces nombreuses réserves, nous proposons une profondeur du puits de 11 m dans le cas d'une billette carrée de côté 120 mm tirée à 1,7 m/mn.

CONCLUSION

L'étude de la croissance des dendrites nous a conduits à définir de façon précise des paramètres quantitatifs caractéristiques de ces structures. Nous avons vu que l'intervalle interdendritique ℓ que l'on définit habituellement comme la distance entre 2 dendrites voisines n'est pas mesurable objectivement. A l'aide de l'analyseur de textures, il est possible de mesurer un paramètre λ qui tient compte de l'ensemble de la structure et qui peut être obtenu automatiquement. Nous avons appliqué cette méthode de mesure à des structures provenant de solidifications unidirectionnelles et d'une billette de coulée continue. Dans ce dernier cas, la mesure n'a été possible que dans la zone où les dendrites ne sont pas trop ramifiées, mais nous avons pu mesurer alors λ à la règle.

Les expériences de solidification unidirectionnelle que nous avons appliquées à un acier contenant 0,35 % de carbone nous ont conduits à une loi reliant l'intervalle interdendritique λ à la vitesse de solidification R. Cette loi est de la forme :

$$\lambda = 810 / R^{0,26}$$

où λ est exprimé en microns et R en cm/h. La théorie ne peut pas pour le moment expliquer une loi de cette forme.

On peut appliquer cette loi pour déterminer le profil de solidification d'une billette de coulée continue. En mesurant l'intervalle interdendritique le long du rayon du produit, et en calculant la vitesse de solidification, il est possible de calculer l'épaisseur solidifiée en fonction du niveau par rapport à la lingotière. Cette méthode ne peut être très précise, et elle conduit à des résultats qui ne sont pas en accord avec ceux des autres méthodes expérimentales et qui sont en contradiction avec les modèles mathématiques.

*

* *

CONCLUSION GENERALE

Nous avons étudié la solidification dendritique du fer sous ses deux aspects principaux qui sont l'origine et la croissance des dendrites. De cette étude, nous avons obtenu les résultats suivants :

1 - A l'origine de la transformation, lorsque le métal vient au contact d'une paroi froide, la nature du contact entre celle-ci et le liquide est le facteur le plus important et détermine les structures de surface du solide.

2 - La nature du matériau qui constitue la paroi froide peut modifier les conditions de germination de la phase solide, mais la structure n'est alors affectée que sur une zone de très faible dimension.

3 - Les structures dendritiques simples que l'on rencontre dans des expériences de solidification unidirectionnelle ou la zone basaltique des lingots de coulée continue peuvent être décrites par un modèle rectangulaire. La mesure automatique d'un intervalle interdendritique λ caractérisant l'ensemble de la structure est alors possible à l'aide de l'analyseur de textures.

4 - La relation entre l'intervalle interdendritique et la vitesse de solidification dans le cas d'un acier contenant 0,35 % de C est de la forme :

$$\lambda = 810 / R^{0,26}$$

5 - Le profil de solidification d'une billette de coulée continue peut alors être estimé en mesurant les intervalles inter-dendritiques le long du rayon de la billette. Dans le cas d'une billette carrée de 120 mm de côté, tirée à une vitesse de 1,7 m/mn, on trouve un puits de 11 m de profondeur, mais cette évaluation reste assez imprécise et ne nous a pas permis, contrairement à nos espoirs, d'évaluer de façon satisfaisante les coefficients de transfert de chaleur entre la billette et le milieu ambiant.

De nombreux points restent encore obscurs car aucune théorie satisfaisante ne rend compte de la croissance dendritique. Une étude systématique de l'influence de la vitesse de solidification et du gradient dans le liquide sur la structure dendritique d'alliages Fer - Phosphore serait certainement d'un grand intérêt.

*

* *

BIBLIOGRAPHIE

1 - BILONI (H.), CHALMERS (B.)
Trans. AIME 233, p. 373-379 (1965).

2 - OLSEN (W.T.), HULTGREN (R.)
J. Metals - vol. 2 , p. 1323 (1950).

3 - POL DUWEZ , WILLENS (R.H.)
Trans. AIME 227, p. 362-365 (1963).

4 - POL DUWEZ , WILLENS (R.H.), KLEMENT (W.)
JAP - 31, n° 6 - p. 1136-1137 (1960).

5 - WILLENS (R.H.)
JAP - 33, n° 11 - p. 3269-3270 (1962).

6 - SALLI (J.V.), LIMINA (L.P.)
Industrial Laboratory 31, n° 1 - 141,2 (1965).

7 - COLLIGAN, (G.A), BAYLES (B.J.)
Acta Met. 10 , p. 895-97 (1962)

8 - ALBRIGHT (D.L.), COLLIGAN (G.A.).
Trans. AIME 227 , p. 1282-89 (1963).

9 - COLLIGAN (G.A), LOOMIS (W.T.), SURPRENANT (W.A.)
J. of Austr. Inst. of Metals 10, n° 11 - p. 89 (1965).

10 - DAUVERGNE

Etude de la sublimation et de la condensation de vapeurs d'oxydes réfractaires dans un four à plasma.
Thèse
Centre de Cinétique Chimique - Nancy (1966).

11 - HANSEN

Constitution of Binary Alloys
Mc Graw Hill Book Company (1958).

12 - PHILIBERT (J.)

J. of the Inst. of Metals 90 - p. 241 (1961-1962).

13 - SEMENCHENKO (V.K.).

Surface Phenomena in Metals and Alloys - Pergamon Press (1961).

14 - CHALMERS (B.)

Principles of solidification.

15 - RUTTER (J.W.)

Imperfections resulting from solidification
Liquid Metals and solidification ASM - Cleveland Ohio.

16 - RUTTER (J.W.), CHALMERS (B.).

Canad. J. of Phys. 31 - p. 15 (1953).

17 - POND (R.B.), KESSLER (S.W.).

Trans. AIME 191 - p. 1156 (1951).

18 - TILLER (W.A), RUTTER (J.W.).

Canad. J. of Phys. 34 p. 96 (1956).

19 - MULLINS, SEKERKA.

JAP 34 p. 323 (1963)
35 p. 444 (1964)
36 p. 264 (1965)

20 - WEINBERG (F.), CHALMERS (B.)
Canad. J. of Phys. 33, p. 724 (1955)

21 - TURNBULL (D.)
General Theory of Nucleation

22 - HOLLOMON (J.H.), TURNBULL (D.)
Progress in Metal Physics - 4 - Pergamon Press

23 - BOWER, BRODY, FLEMINGS (M.C.)
Trans. AIME - 236 - May - p. 624 (1966)

24 - KEHL
Principles of Metallographie Laboratory practice
Mac Graw-Hill Book Company (1949).

25 - SERRA (J.)
Revue de l'Industrie Minérale - Sept. (1967).

26 - MATHERON (G.)
Eléments d'une théorie du milieu poreux
chap. 2 et 3 - Masson -Paris (1967).

27 - HAAS (A.), MATHERON (G.), SERRA (J.)
Annales des Mines - p. 737 - Décembre (1967).

28 - KATTAMIS (T.Z.), FLEMINGS (M.C.)
Trans. AIME - 233 - p. 992 (1965)

29 - WEINBERG (F.), CHALMERS (B.)
Canad. J. of Physics - 29 , p. 382 (1951)

30 - WEINBERG (F.), CHALMERS (B.)
Canad J. of Physics - 30 - p. 488 (1952).

31 - KAMENETSKAYA, RAKHMANOVA - SGEKTOR
The Physics and Metallography - 19-4 - p. 583-591 (1965)

32 - KATTAMIS (T.Z.), FLEMINGS (M.C.)
Trans AIME - 236 - p. 1523 - Novembre (1966).

33 - IBARAKI, OKAMOTO, KISHITAKU
Nippon Kinzoku Gakkaï Si - 30 - 11 - p. 1068-1074 (1966)

34 - DROUZY, MASCRÉ
Mem. Scient. Rev. Metal. LVIII - n° 4 (1961).

35 - KOHN, PHILIBERT (J.)
Mem. Scient. Rev. Metal. LVII - n° 4 - p. 291 (1960).

36 - BRODY, FLEMINGS (M.C.)
Trans AIME - 236 - May - p. 615 (1966).

37 - KATTAMIS (T.Z.), COUGHLIN, FLEMINGS (M.C.)
Trans AIME - 236 - n° 10 - Oct. p. 1504 (1967).

38 - DAVIES
High Strength Materials - Wiley (1965).

39 - DIEHL, MC CAULEY, LANGENBERG.
The Journal of the Aust. Inst. of Metals 10 - 1 - p. 17-29 (1965).

40 - BROWN, ADAMS.
Trans AFS-69 - p. 879-891 (1961).

41 - BROWN, ADAMS.
J. Research Supplement - 5 205 - Décembre (1960).

42 - ROHATGI, ADAMS.
Trans AIME - 239 - June - p. 850 (1967).

43 - ALEXANDER, RHINES.
Trans AIME - 188 - p. 1267 (1950).

44 - MICHAEL, BEVER.
Trans AIME - p. 47 (1954).

45 - AHEARN, QUIGLEY.
JISI - 204 - 16 (1966).

46 - HORWATH, MONDOLFO
Acta Met. 10 - p. 1037 - Novembre (1962).

47 - KIRKALDY
Decomposition of Austenite by diffusionnal Processes
AIME - John Wiley and Sons (1962).

48 - KIRKALDY
Canad J. Of Physics - 37 (1959).

49 - HILLERT (M.).
Jernkont. Annal. 141 - 757 (1957).

50 - KOHN (A.)
Travaux non publiés.

51 - PEHLKE (R.D.)
Metals Engineering Quarterly - ASM (Mai 1964) p. 42-47.

52 - HILLS (A.W.D.)
JISI - 203 - p. 18 (Janvier 1965).

53 - HILLS (A.W.D).
Symposium on Chem. Eng. in the metallurgial Indust.

54 - MIZIKAR (E.A.)
Communication au 96ème AIME annual meeting - Fév. (1967).

55 - ADENIS, COATS, RAGONE
J. of the Inst. of Metals - 91, 235, 403 (1963).

56 - MORILLON.
Travaux non publiés.

*

* *

ANNEXE I

LISTE DES SYMBOLES UTILISES

Symboles utilisés dans la première partie :

T_o	:	température de référence pour le tracé des courbes d'enthalpie libre.
C_o	:	composition initiale du liquide.
C_L	:	composition du liquidus à la température T_o.
C_S	:	composition du solidus.
C	:	composition où se coupent les courbes d'enthalpie libre du solide et du liquide à T_o.
Mg	:	poids d'une goutte liquide.
r	:	rayon du barreau dont la goutte se détache.
σ	:	tension superficielle du liquide.
ρ	:	masse spécifique.
G	:	gradient de température.
$\Delta T_1/\Delta T_2$	:	valeurs de la surfusion.

Symboles utilisés dans la deuxième partie :

$\vec{x}$	:	vecteur d'origine fixe O, d'extrémité courante M dans un plan.
$\vec{h}$	:	vecteur quelconque de module h, de direction repérée par l'angle α.
$K(\vec{x})$	:	fonction associée à $\vec{x}$.
$K(\vec{h})$	:	fonction de covariance.
K (h)	:	moyenne de $K(\vec{h})$ quand $\vec{h}$ prend toutes les directions du plan.
$C(\vec{h})$	:	expression probabiliste de la covariance.
C (h)	:	expression probabiliste de K (h)
ℓ	:	distance entre 2 dendrites d'un même alignement.
L	:	distance entre 2 alignements de dendrites.

λ	:	intervalle interdendritique.
e	:	épaisseur d'une branche de dendrite.
x, y	:	coordonnées cartésiennes
r, α	:	coordonnées polaires
ΔT	:	surfusion
ΔT_s	:	intervalle de solidification (écart entre liquidus et solidus)
t	:	temps
t_f	:	temps de solidification local séparant le passage du liquidus et du solidus en un point.
v_r	:	vitesse de refroidissement
R	:	vitesse de solidification
G_m	:	gradient moyen au niveau du front de solidification
M_i	:	fraction molaire d'un élément en solution dans un alliage
C	:	composition du liquide
ΔC	:	variation de composition du liquide au cours de la solidification entre les dendrites.
m	:	pente du liquidus.
D	:	coefficient de diffusion d'un élément en solution dans l'acier liquide.
L	:	chaleur latente de solidification
ξ	:	position du front repérée par rapport à la paroi d'un lingot
G_S	:	gradient thermique dans le solide
G_L	:	gradient thermique dans le liquide
K_S	:	coefficient de conduction du solide
K_L	:	coefficient de conduction du liquide
T_F	:	température de solidification
T_P	:	température de peau du produit solide
T_S	:	température en un point du solide
V	:	vitesse d'extraction
h	:	coefficient d'échange de chaleur entre une billette de coulée continue et le milieu ambiant.

c : capacité calorifique de l'acier

r_o : rayon à solidifier à l'instant t dans une billette de coulée continue.

a : rayon d'une billette cylindrique

$u = \frac{r_o}{a}$ $\quad v = \frac{2\,y}{a}$ $\quad w = \frac{T_P}{T_F}$

$A = \frac{h}{\rho\, V_c}$ $\quad B = \frac{a\,h}{2\,K}$ $\quad C = \frac{L}{c\,T_F}$

*

* *

ANNEXE II

CALCUL DU PROFIL DE SOLIDIFICATION D'UNE BILLETTE DE COULEE CONTINUE.

Bilan enthalpique :

$$\frac{h}{\rho V c}\,\frac{T_p}{T_f}\,\partial\,\frac{2\,y}{a} = -\,\frac{H}{c T_f}\,\frac{2\,r_o}{a}\,\partial\,\frac{r_o}{a} - \int_{r_o}^{a}\left(\frac{T_s\,(r,y)}{T_f} - 1\right)\frac{2\,r\,dr}{a^2}$$

Variation linéaire :

$$T_s\,(r,y) = \frac{T_p\,r_o + T_f\,a}{r_o - a} + \frac{T_f - T_p}{r_o - a}\,r$$

$$\int_{r_o}^{a}\left(\frac{T_s\,(r,y)}{T_f} - 1\right)\frac{2\,r\,dr}{a^2} = \int_{r_o}^{a}\left[\frac{(T_p - T_f)\,r_o}{T_f\,(r_o - a)} + \left(\frac{(T_f - T_p)}{T_f\,(r_o - a)}\right) r\right]\frac{2\,r\,dr}{a^2}$$

$$= \frac{T_p - T_f}{T_f\,(r_o - a)}\left(\frac{a^2 - r_o^{\,2}}{R^2}\,r_o - \frac{2\,(a^2 - r_o^{\,2})}{3\,a}\right)$$

$$= \frac{T_p - T_f}{T_f}\left[-\,3\,r_o(a + r_o) + 2\,(a^2 + a r_o + r_o^{\,2})\right]$$

$$= \frac{T_p - T_f}{T_f}\,3\,a^2\,(2\,a^2 - r_o\,a - r_o^{\,2})$$

$$\frac{h}{\rho V c}\,\frac{T_p}{T_f}\,\partial\,\frac{2\,y}{a} = -\,\frac{H}{c\,T_f}\,\frac{2\,r_o}{a}\,\partial\,\frac{r_o}{a} - \frac{2\,a^2 - r_o\,a\,r_o^{\,2}}{3\,a^2}\,\partial\,\frac{T_p}{T_f} + \frac{T_p - T_f}{T_f}\,\frac{a + 2\,r_o}{3\,a}\,\partial\,\frac{r_o}{a}$$

$$\boxed{A\, w\, \partial v = \left[(w - 1)\, \frac{1 + 2u}{3} - 2\, C\, u\right] \partial u + \frac{u^2 + u - 2}{3}\, \partial w}$$

Condition aux limites :

$$h\, T_p = - K \left.\frac{\partial T_s}{\partial r}\right)_{r = a} = - K\, \frac{T_f - T_p}{r_o - a}$$

$$\left[1 + \frac{h}{K}\, (a - r_o)\right] T_p = T_f$$

$$\boxed{w = \frac{1}{1 + 2B\, (1 - u)}} \qquad \partial w = + 2\, w^2\, B\, \partial u$$

LISTE DES FIGURES

Première Partie

Figure 1 - Diagramme d'état et courbes d'enthalpie libre.

Figure 2 - Montage expérimental.

Figure 3 - Diagramme Fe - P.

Figure 4 - a/ Chute d'une goutte
b/ Calcul de la tension superficielle à partir du poids des gouttes.

Figure 5 - Forme des gouttes tombées sur différents substrats.

Figure 6 - Solidification prédendritique - Alliage Al - Cu.

Figure 7 - Structures cellulaires a/ Fe-P à 0,246 % P
b/ Fe-P à 1,27 % de P.

Figure 8 - Relief des cellules.

Figure 9 - Structures de transition dendrites-cellules a/ Fe-P à 0,246 %
b/ Fe-P à 1,27 %

Figure 10 - Structures dendritiques a/ Fe-P à 0,246 % P
b/ Fe-P à 1,27 % P

Figure 11 - Représentation schématique des courbes d'enthalpie libre du solide et du liquide.

Figure 12 - Formation des structures de surface.

Figure 13 - Coupe parallèle au flux de chaleur d'une goutte d'alliage Fe-P à 1,27 % tombée sur un substrat de laiton rayé.

Figure 14 - Coupe parallèle au flux de chaleur d'une goutte d'alliage Fe-P à 1,27 % de P tombée sur : a/ substrat laiton rayé
b/ substrat alumine amorphe.

Figure 15 - Coupe perpendiculaire au flux de chaleur d'une goutte d'alliage Fe-P à 1,27 % P tombée sur un substrat de laiton rayé.

Figure 16 - Analyse à la microsonde et attaque correspondante.

Deuxième Partie

Figure 17 - Structure macrographique d'une billette de coulée continue - coupe parallèle au flux de chaleur.

Figure 18 - Structure dendritique dans une billette de coulée continue - coupe perpendiculaire au flux de chaleur
a/ distance à la peau = 17,5 mm
b/ distance à la peau = 36,5 mm

Figure 19 - Structure dendritique après solidification unidirectionnelle - coupe perpendiculaire au flux de chaleur
a/ R = 9,4 cm/h
b/ R = 97 cm/h

Figure 20 - Structure dendritique après solidification unidirectionnelle coupe parallèle au flux de chaleur.

Figure 21 - Définition du motif de base.

Figure 22 - Motif de base rectangulaire (22a) et son covariogramme le long de Ox pour différentes valeurs de e (22b).

Figure 23 - Structure périodique construite à partir du motif de base.

Figure 24 - Calcul de la longueur moyenne d'une corde d'un contour fermé C.

Figure 25 - Répartition du motif de base suivant un schéma booléen.

Figure 26 - Covariogramme de la figure 19a.

Figure 27 - Relation entre λ/ℓ et L/ℓ.

Figure 28 - Courbe d'analyse thermique.

Figure 29 - Profil du front de solidification d'après Flemings (36).

Figure 30 - Photographie générale du montage expérimental de solidification unidirectionnelle.

Figure 31 - Four de solidification unidirectionnnelle.

Figure 32 - Courbe d'enregistrement de température au cours d'une expérience de solidification unidirectionnelle.

Figure 33 - Gradients de température et position du front à différents instants : a/ avant solidification
b/ pendant la solidification

Figure 34 - Relation entre l'intervalle interdendritique et la vitesse de solidification.
a/ λ et ℓ en fonction de $R^{-1/2}$
b/ Log λ et Log ℓ en fonction de Log R.

Figure 35 - Forme sinusoïdale du front de solidification

Figure 36 - Covariogramme d'une structure dendritique ramifiée (figure 18b).

Figure 37 - a/ Variation de l'intervalle interdendritique le long du rayon d'une billette de coulée continue - première billette.

b/ Variation de l'intervalle interdendritique le long du rayon d'une billette de coulée continue - deuxième billette.

Figure 38 - Fronts de solidification dans une billette de coulée continue déterminés expérimentalement.

Figure 39 - Elément de volume qui suit le déplacement de la billette.

Figure 40 - Elément de volume fixe par rapport à la machine.

Figure 41 - Epaisseur solidifiée (a) et température superficielle (b) calculées par un modèle à flux conservé.

Figure 42 - Epaisseur solidifiée (a) et température superficielle (b) calculées par un modèle à variation linéaire de température.

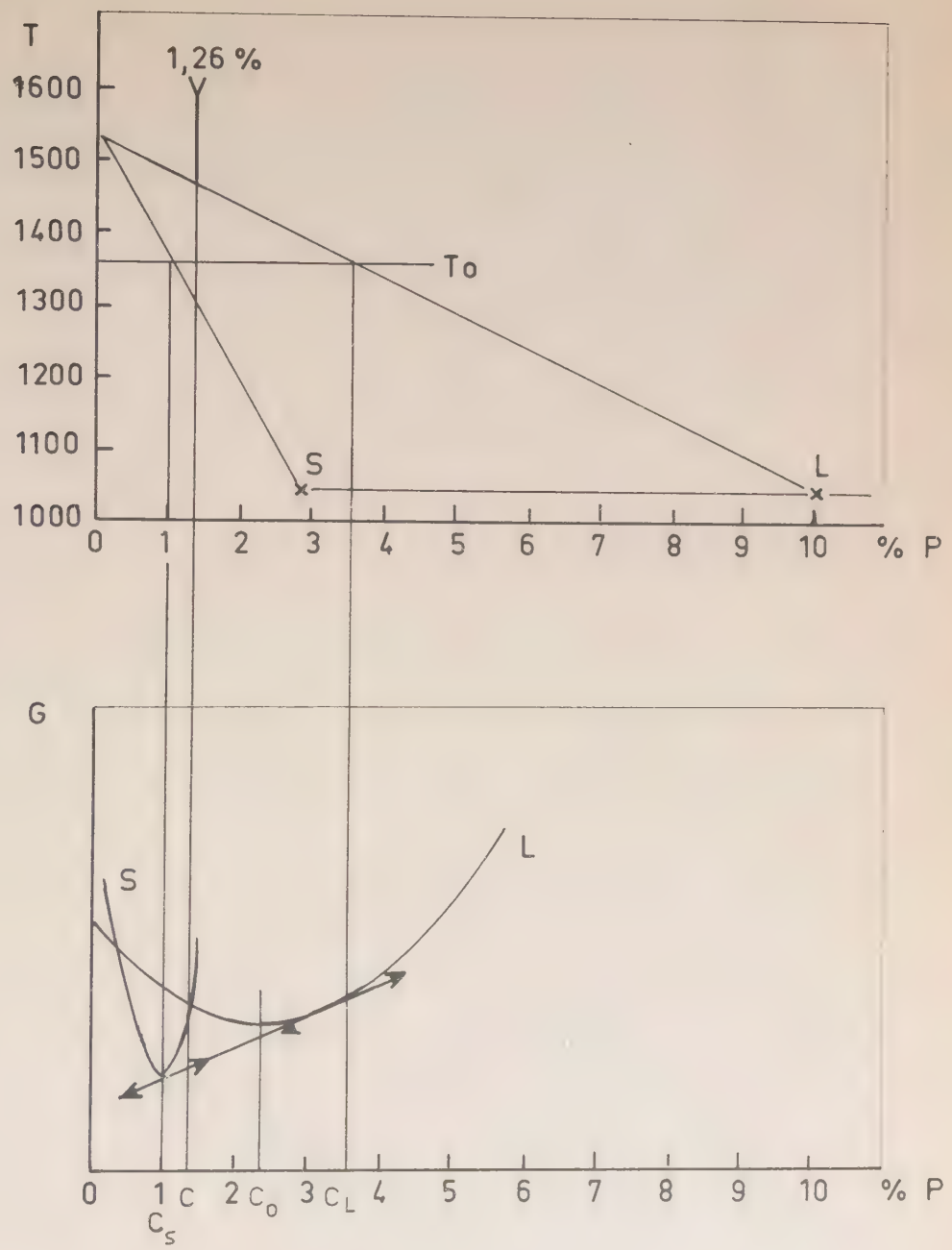
Figure 43 - Intervalles interdendritiques λ en fonction de la distance à la peau pour différentes valeurs du coefficient h .

*

* *

DIAGRAMME D'ETAT ET COURBES D'ENTHALPIE LIBRE

Fig: 1



MONTAGE EXPERIMENTAL

Fig: 2

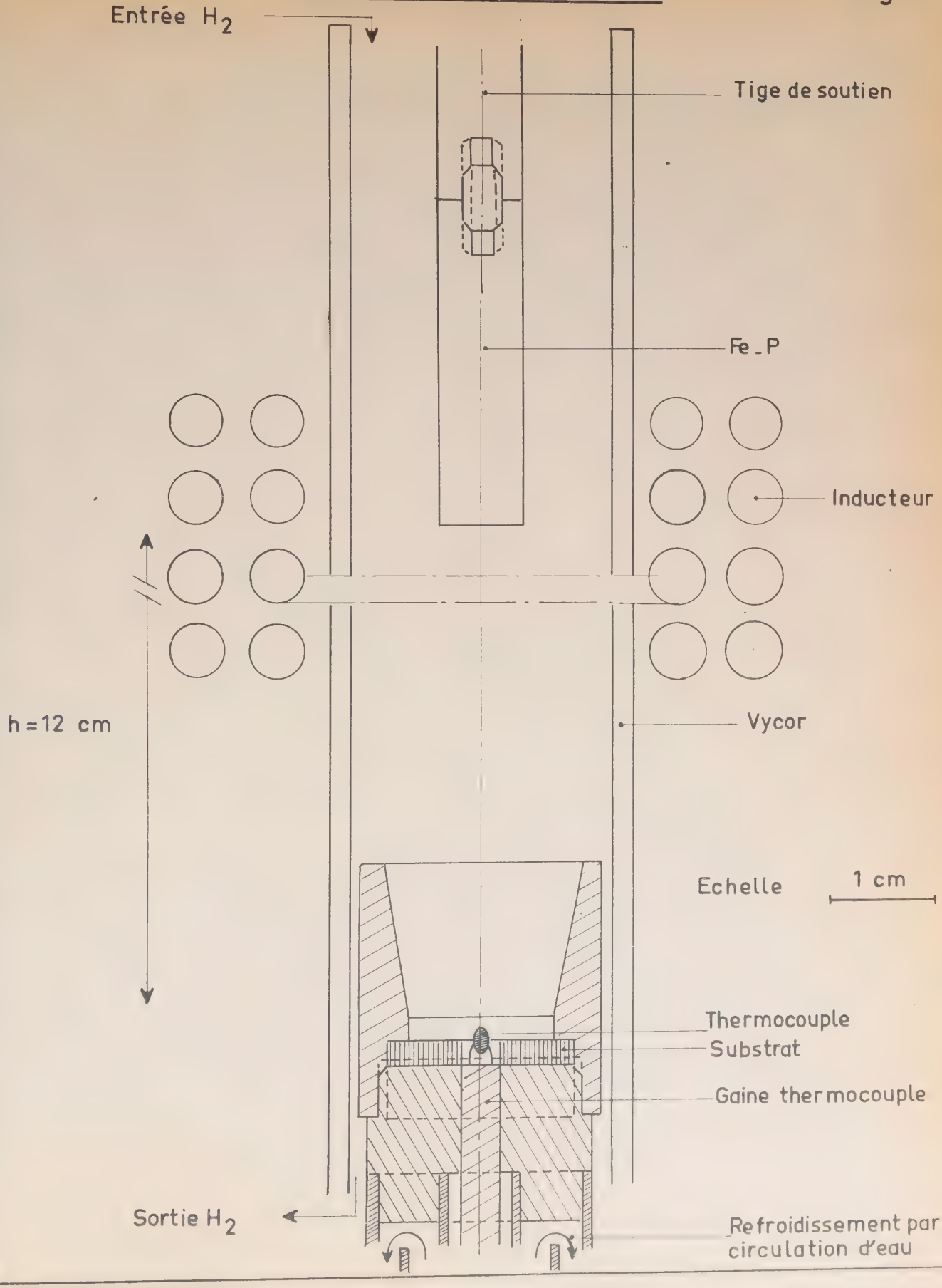


Fig: 3

DIAGRAMME Fe_P D'APRES HANSEN

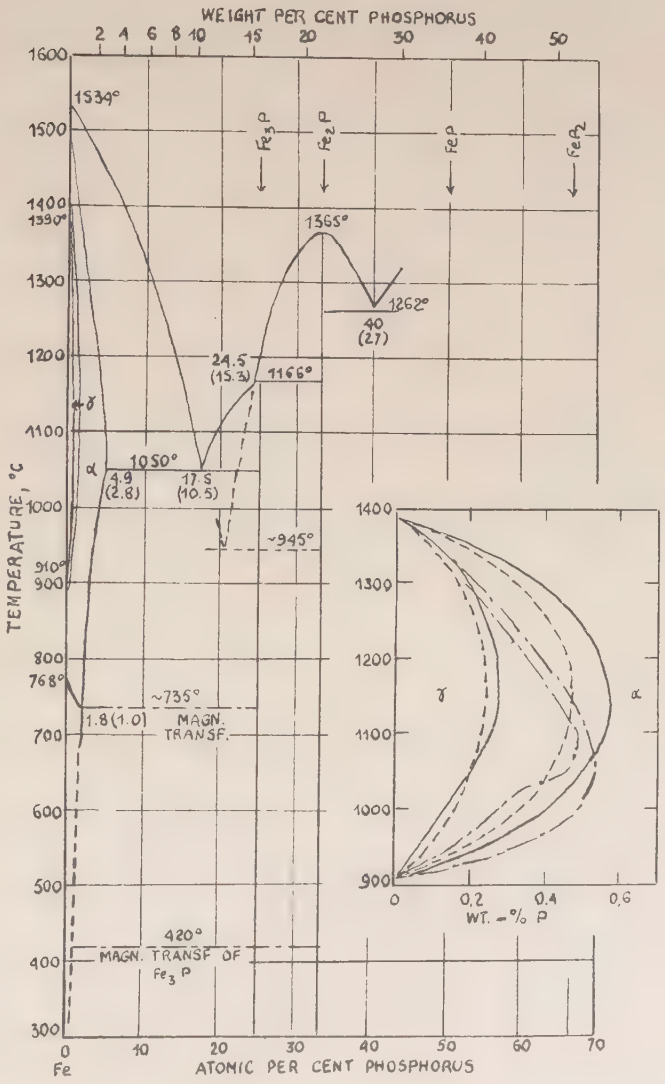
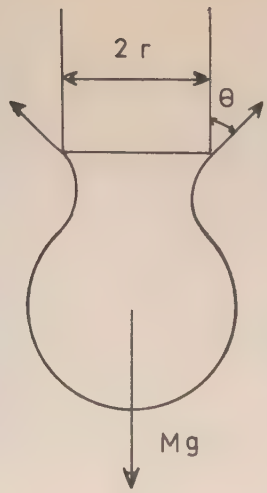


Fig: 4 a

CHUTE D'UNE GOUTTE

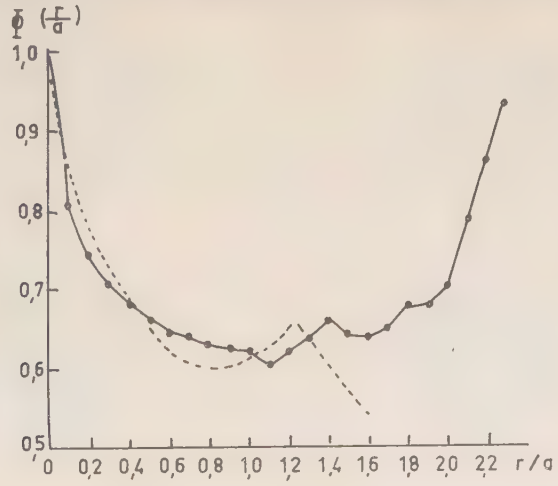


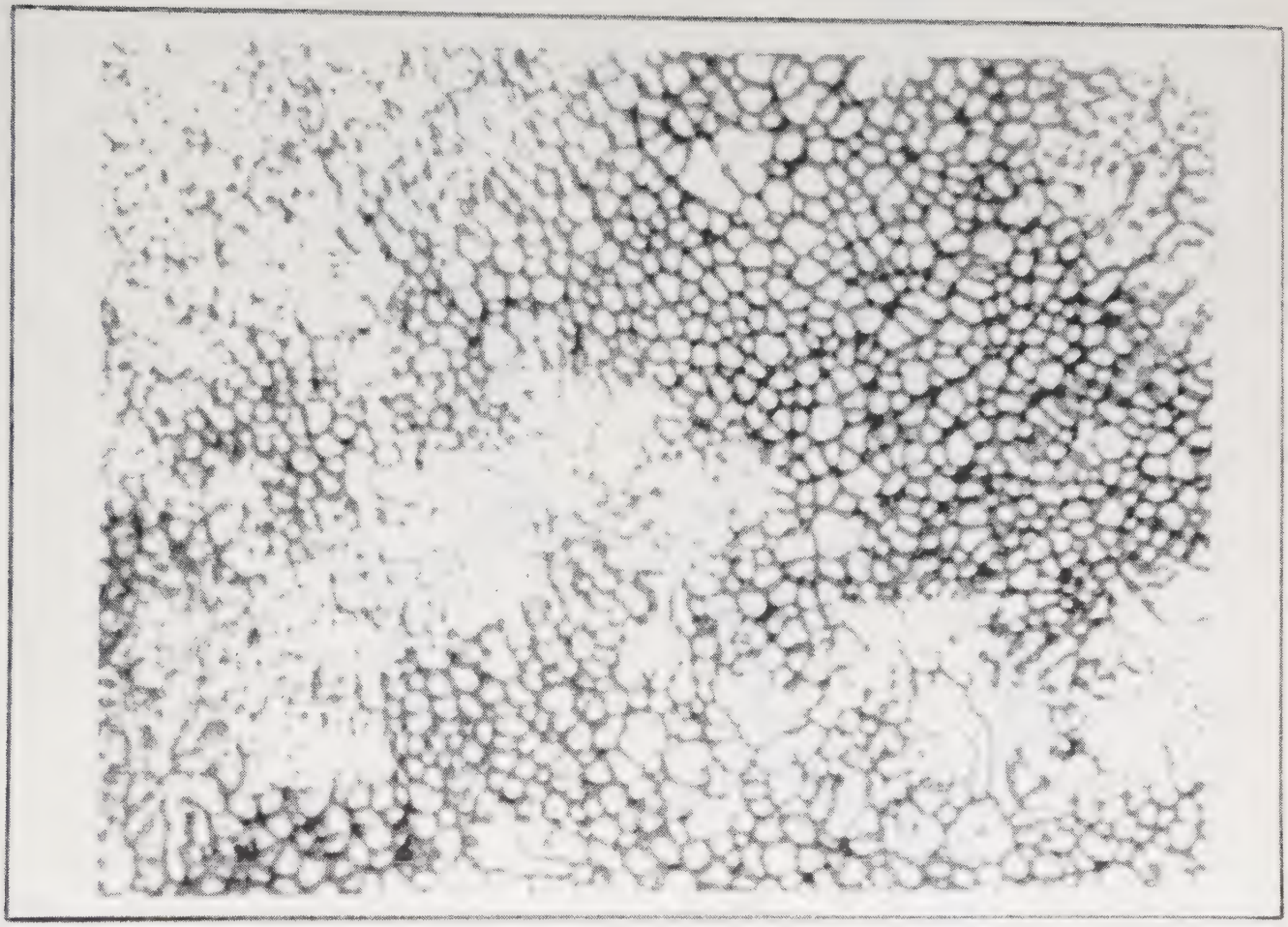
$$2\pi r \sigma \times \cos\theta = 2\pi r \sigma \times \Phi\left(\frac{r}{a}\right)$$

ρ

Fig: 4 b

CALCUL DE LA TENSION SUPERFICIELLE A PARTIR DU POIDS DES GOUTTES _TERME CORRECTIF D'APRES SEMENCHENKO (13)



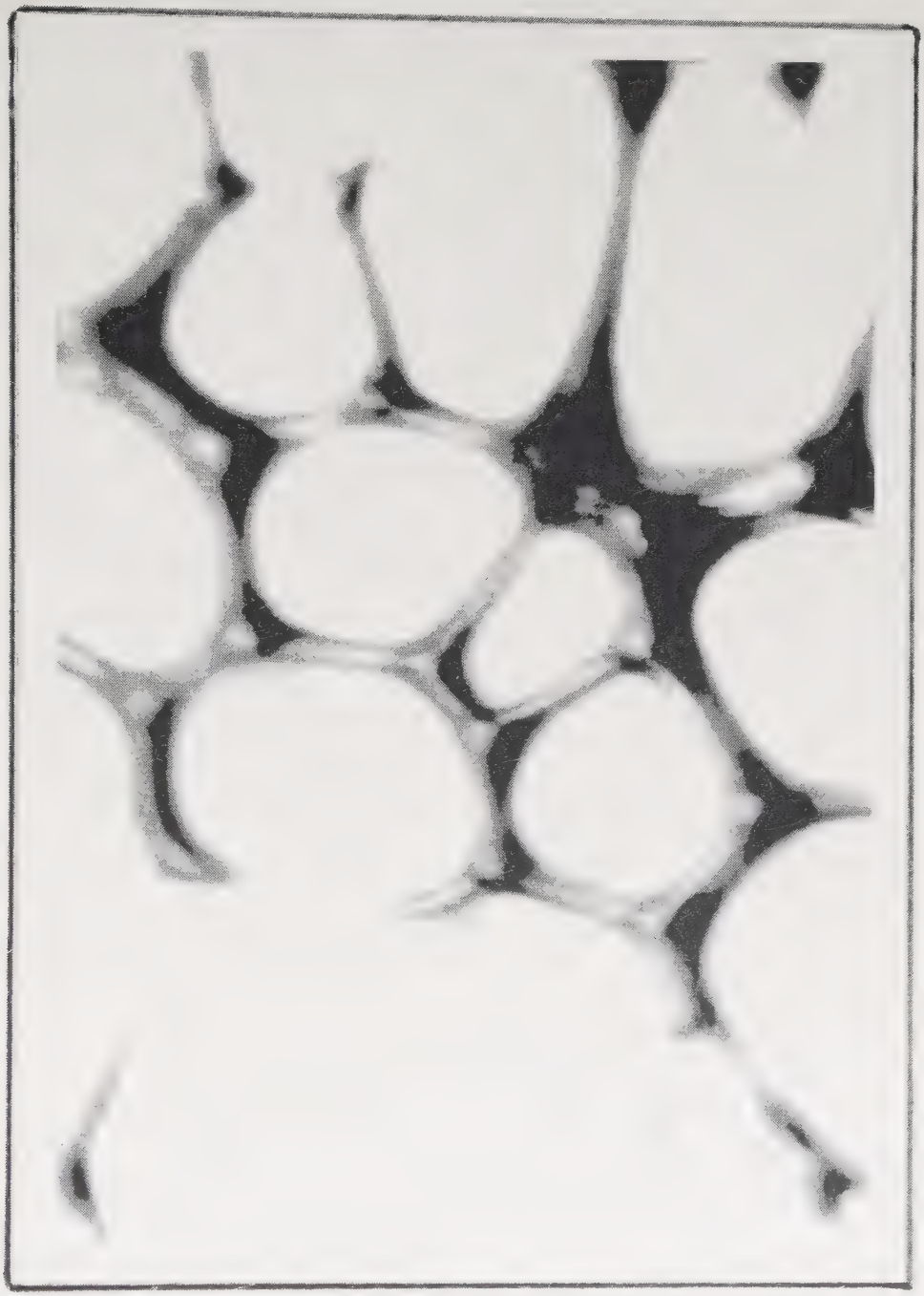


éch : 13 µ

Figure 7a

Structure cellulaire de surface - [illegible]

Fe-P [illegible] - Substrat [illegible]



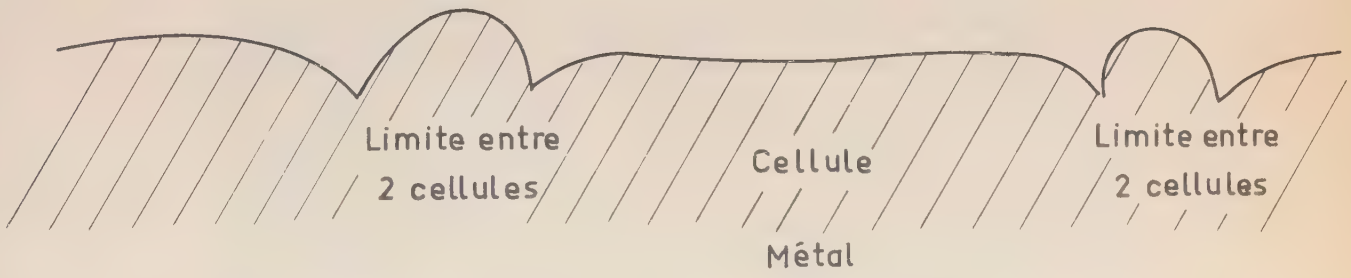
[illegible]

Figure [illegible]

[illegible]

Fig: 8

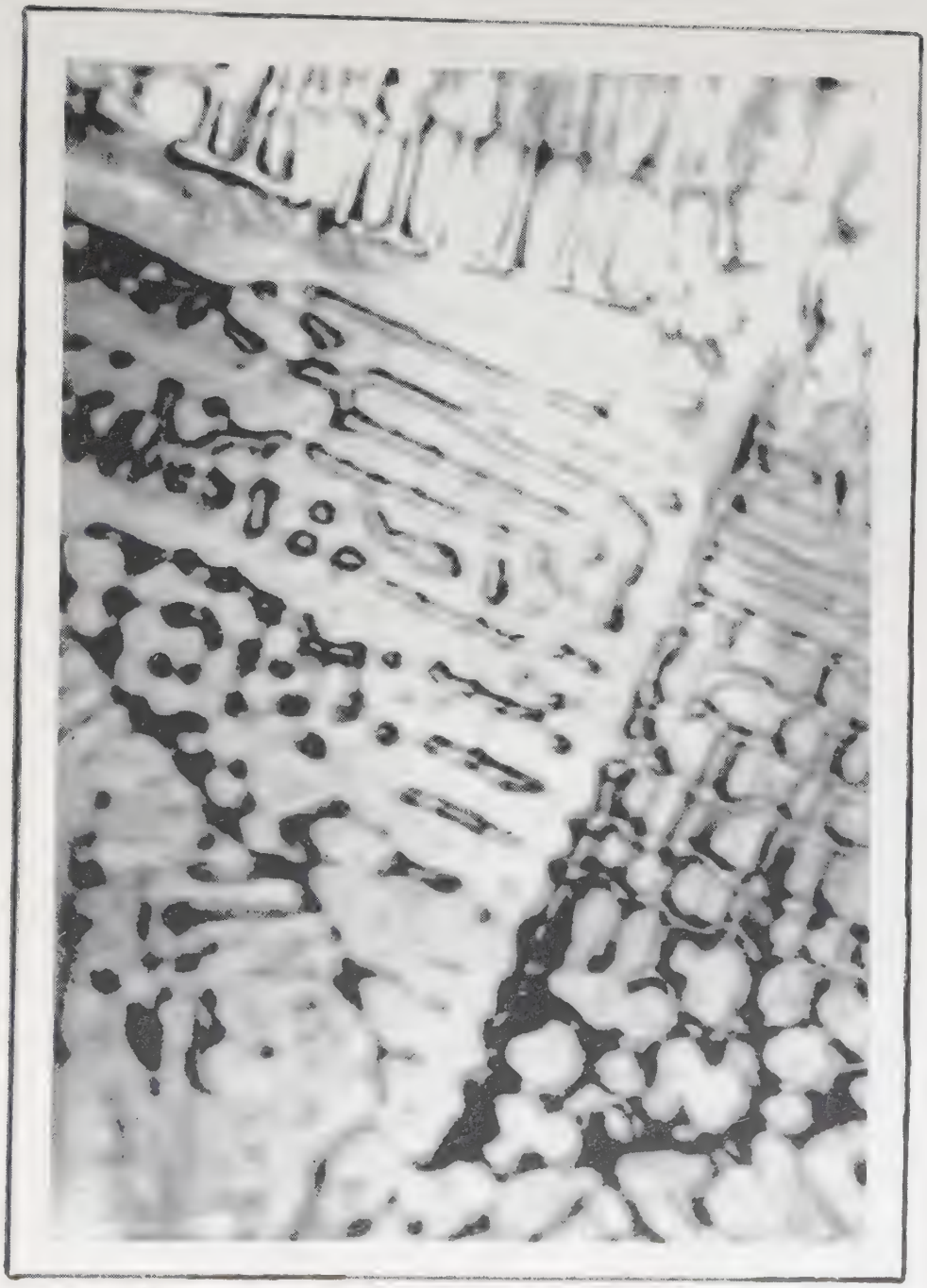
RELIEF DES CELLULES



[illegible]

[illegible]

[illegible]



Mag. 1 [illegible]

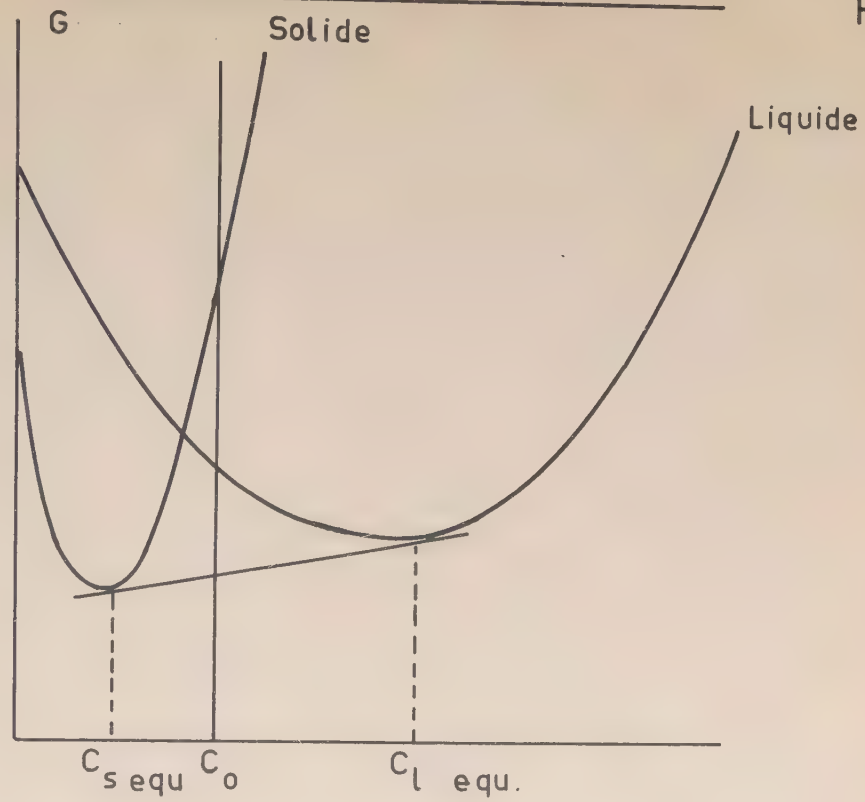
Figure [illegible]

[illegible]

REPRESENTATION SCHEMATIQUE DES COURBES D'ENTHALPIE LIBRE DU SOLIDE ET DU LIQUIDE

Fig: 11

a)_ Dans le système Fe _P



b)_ Dans le système Al_Cu

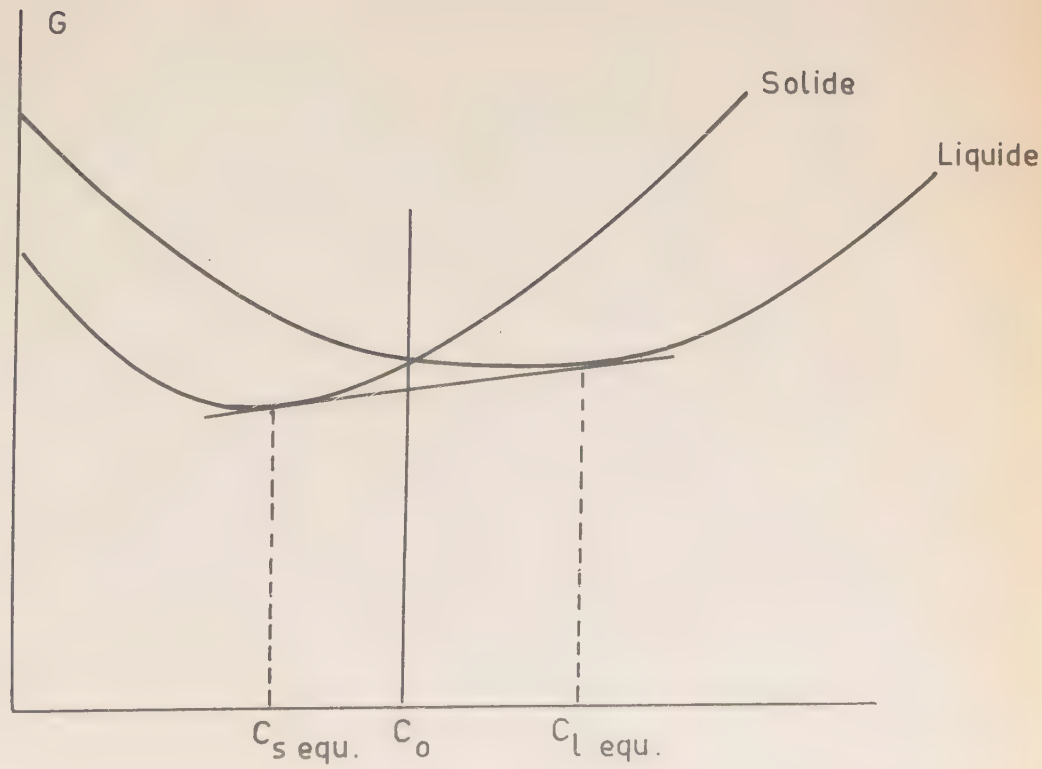
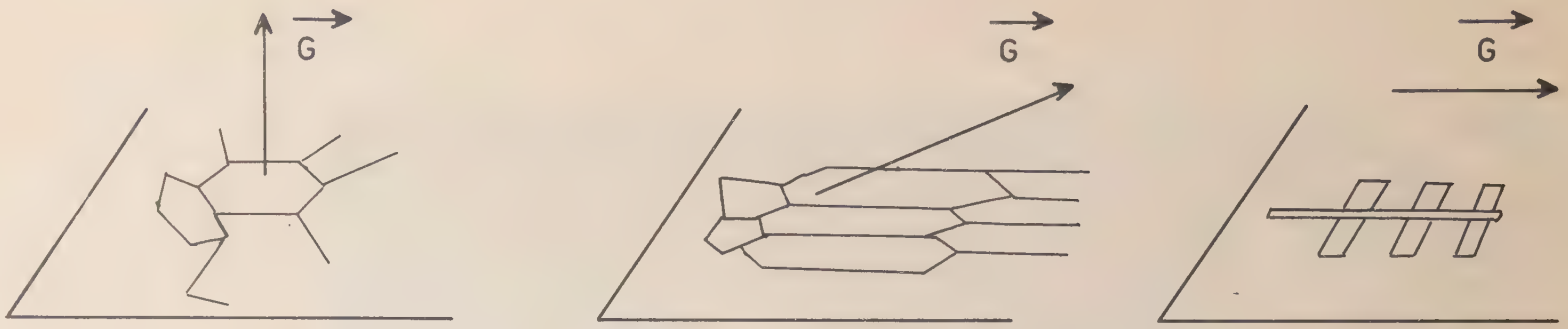


Fig: 12

FORMATION DES STRUCTURES CELLULAIRES ET DENDRITIQUES DE SURFACE



Cellules
a)

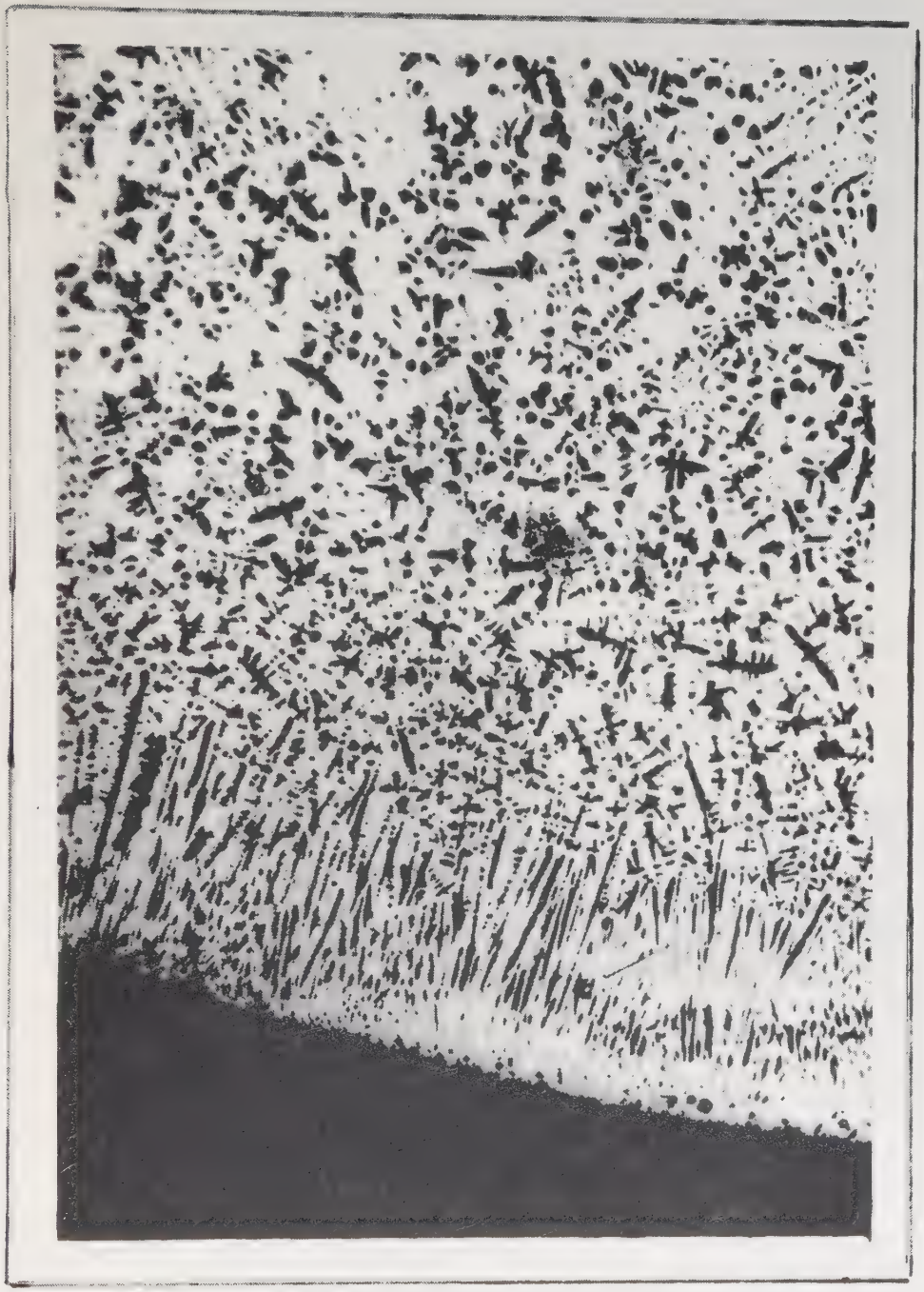
Cellules allongées
b)

Dendrites
c)

a) Gradient thermique G perpendiculaire à la surface

b) " " " oblique par rapport à la surface

c) " " " parallèle à la surface

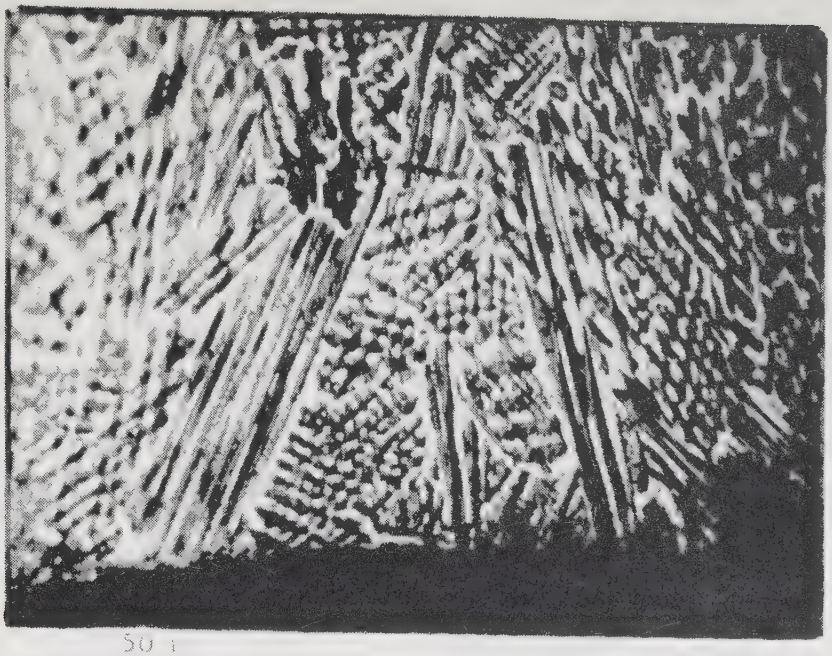


[illegible]

Figure [illegible]

[illegible] d'une goutte d'alliage [illegible] un substrat de [illegible] rayé.

[illegible]

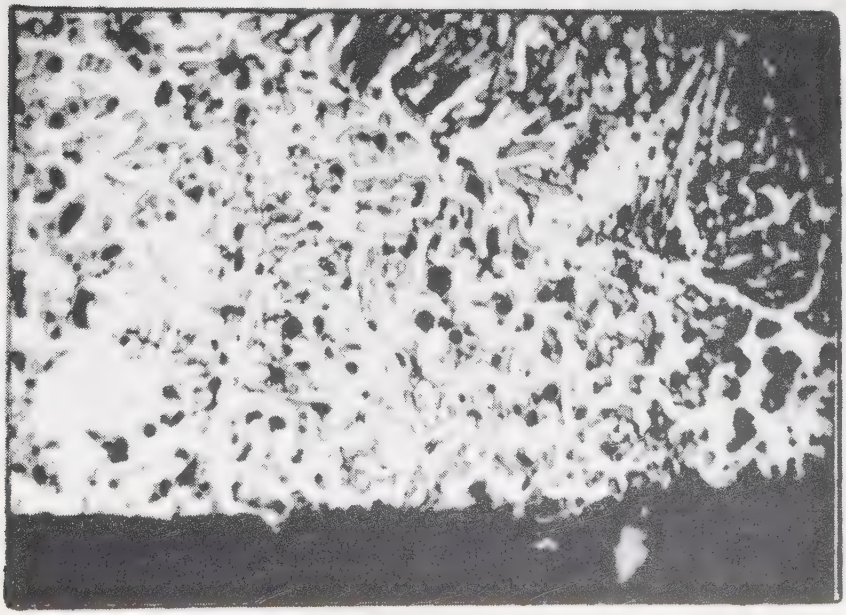


éch : 50 µ

Figure 14a

Coupe parallèle au flux de chaleur d'une goutte d'alliage Fe-P à 1,27 % de P, tombée sur un substrat de laiton rayé

Attaque Stead - X 200

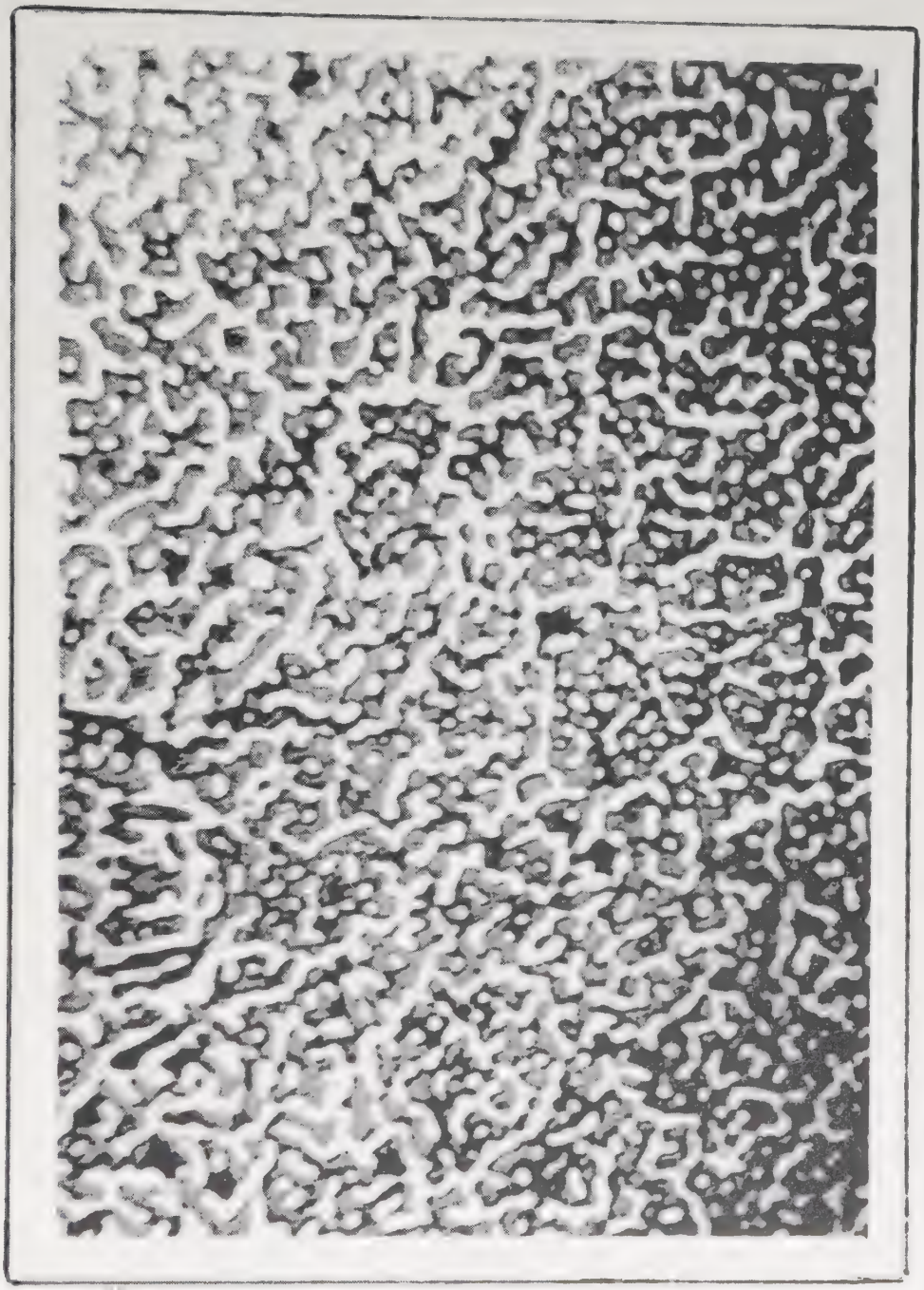


éch : 50 µ

Figure 14b

Coupe parallèle au flux de chaleur d'une goutte d'alliage Fe-P à 1,27 % de P, tombée sur un substrat d'alumine rouge

Attaque Stead - X 200



Sch : 30 m

Figure 15

Groupe perpendiculaire au plus de chaleur d'une goutte d'alliage [illegible] sur un substrat de [illegible] [illegible] [illegible] à [illegible]

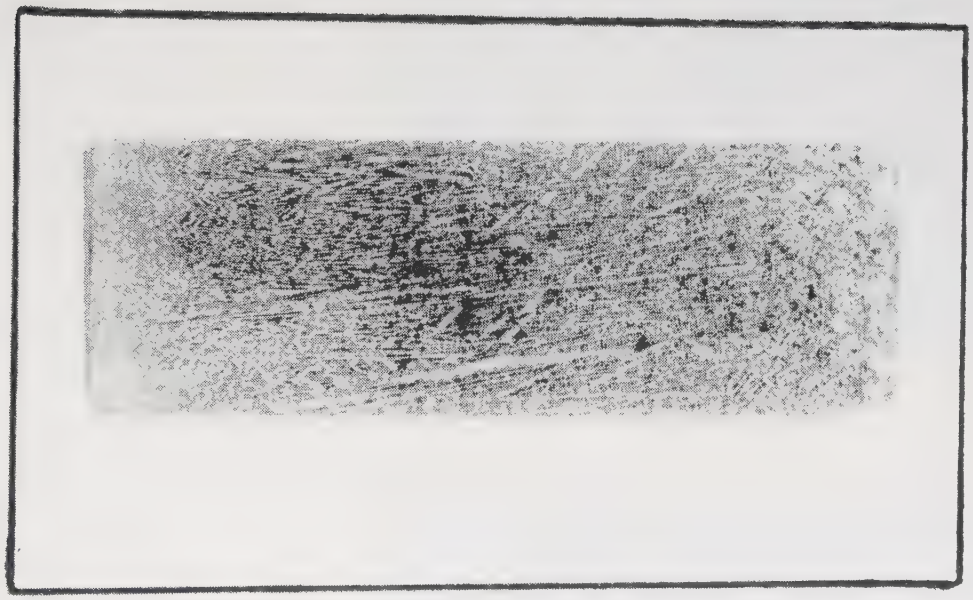
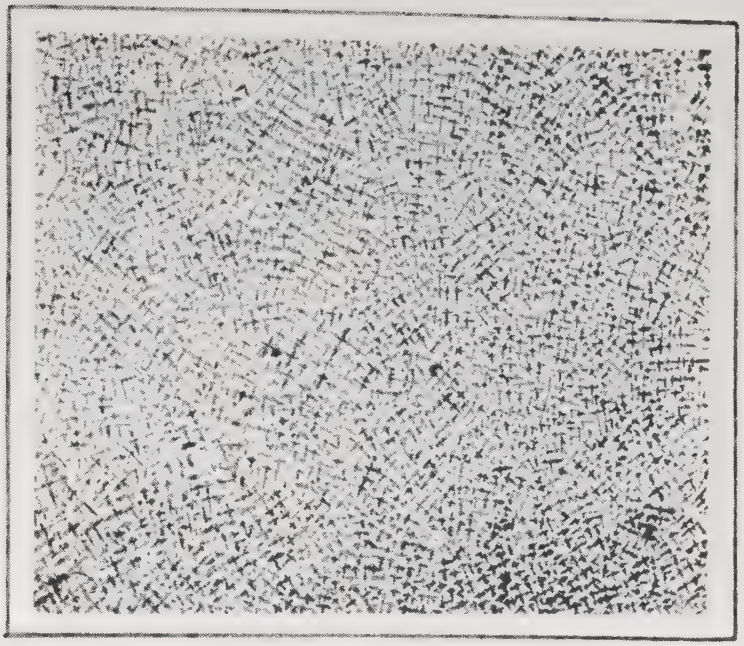


Figure 17

Structure macrographique d'une billette de coulée continue coupée parallèle au flux de chaleur. Attaque [illegible] X 2.

a) distance à la peau =
17,5 mm X 5



b) distance à la peau =
36,5 mm X 5

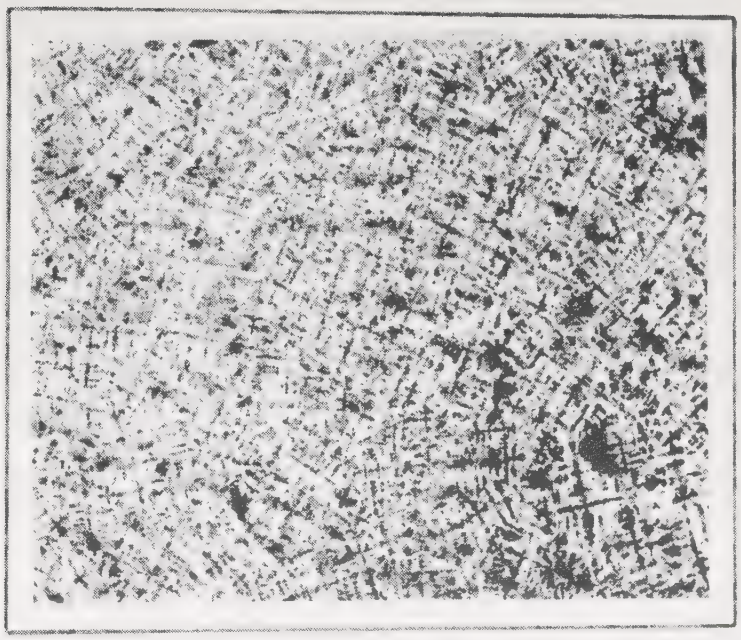
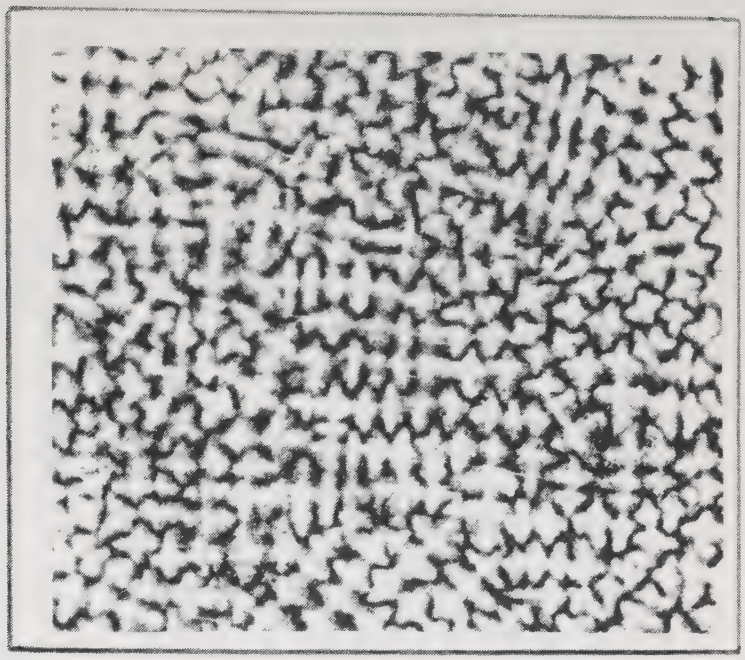


Figure 11

Structure dendritique dans une billette de coulée continue

a) R = 9,4 cm/h



b) R = 97 cm/h

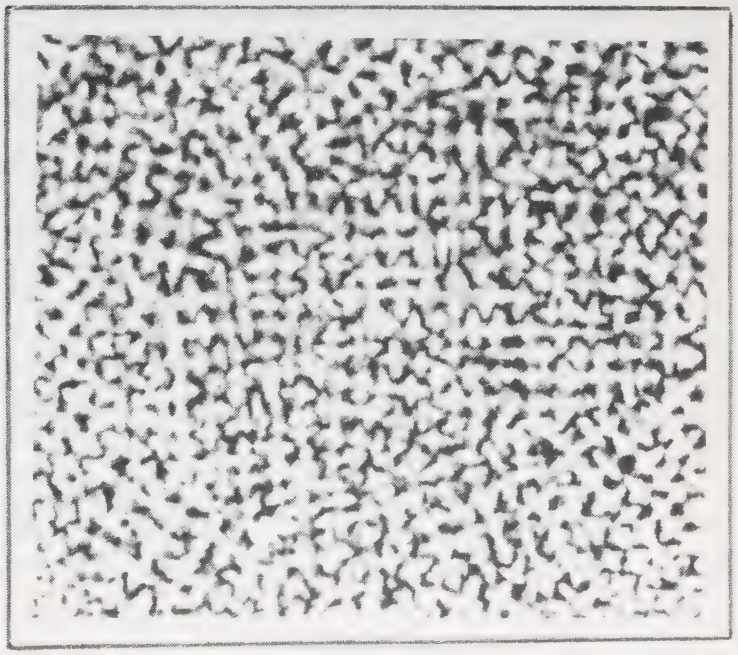


Figure 1[illegible]

Structure dendritique [illegible]

Coupe perpendiculaire [illegible]

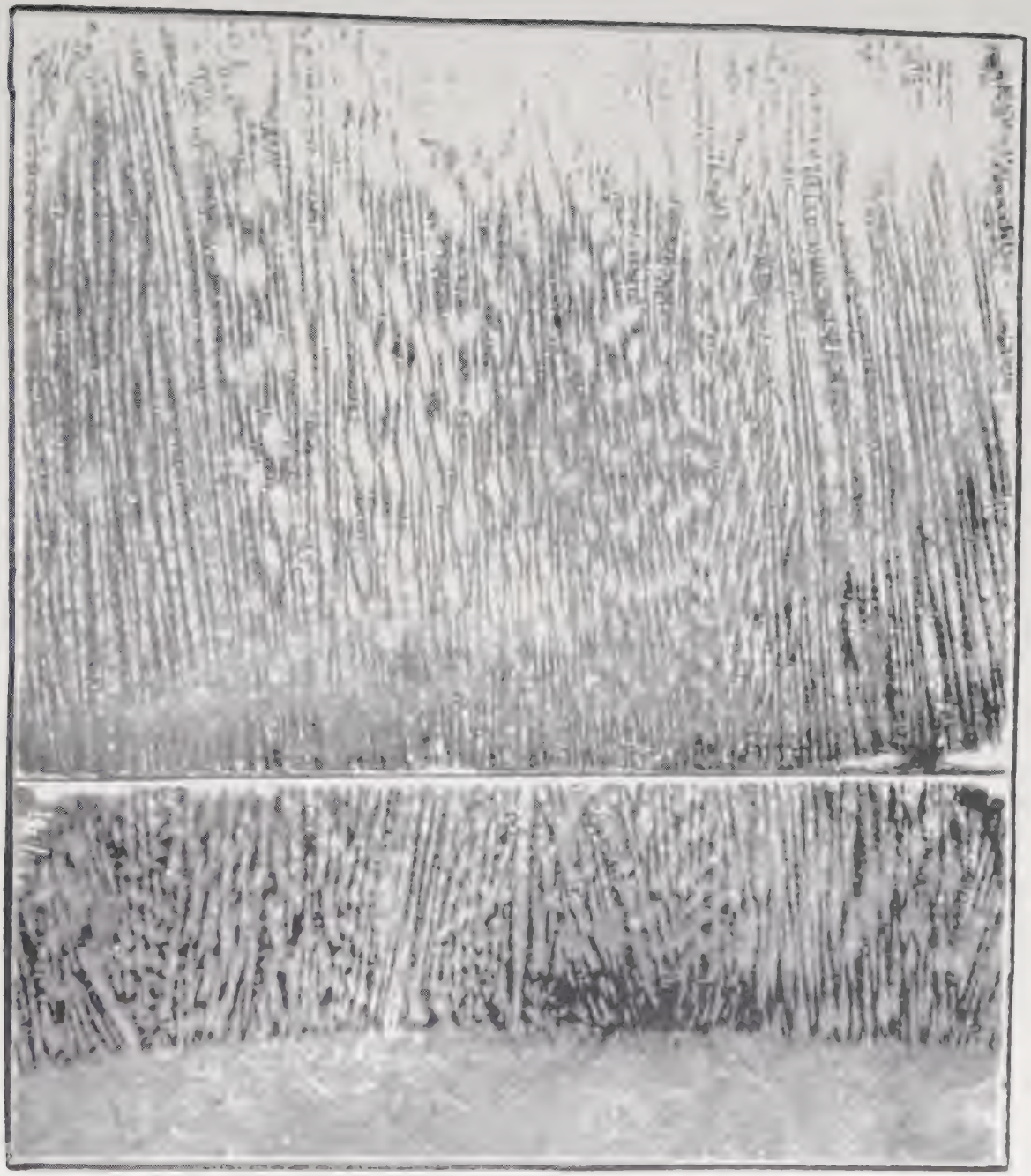


Fig: 21

DEFINITION DU MOTIF DE BASE

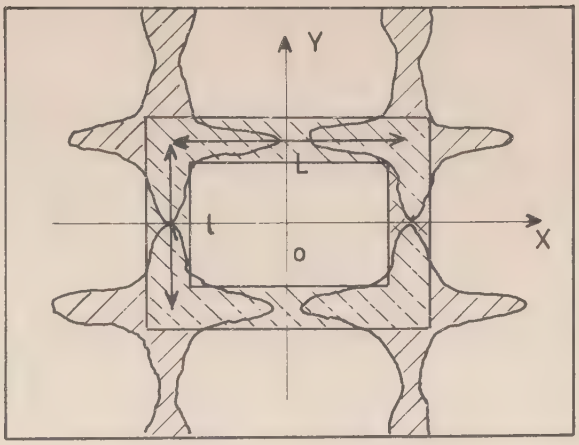
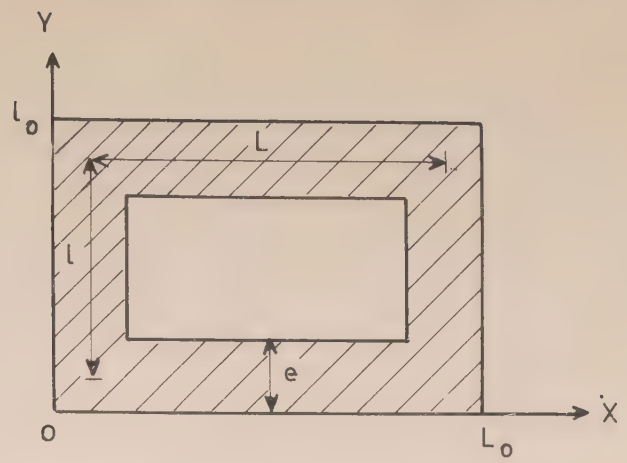


Fig: 22

MOTIF DE BASE RECTANGULAIRE(22a) ET SON COVARIOGRAMME LE LONG DE OX POUR DIFFERENTES VALEURS DE e (22 b)

22 a



22 b

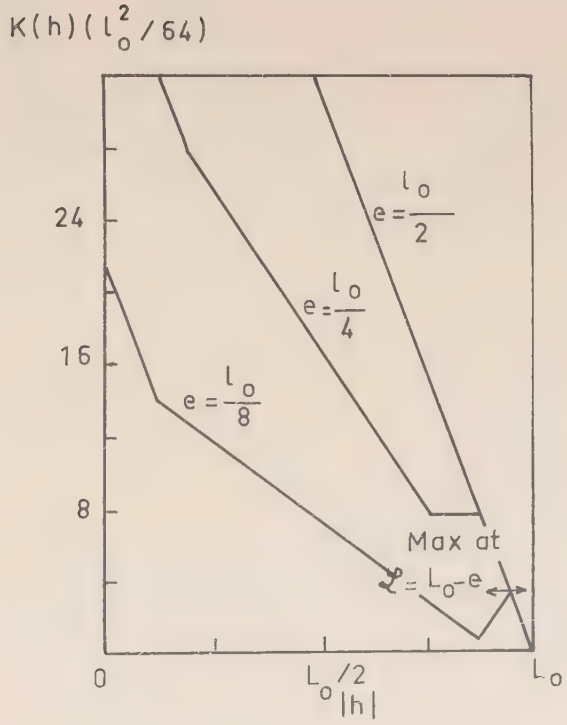


Fig: 23

STRUCTURE PERIODIQUE CONSTRUITE A PARTIR DU MOTIF DE BASE

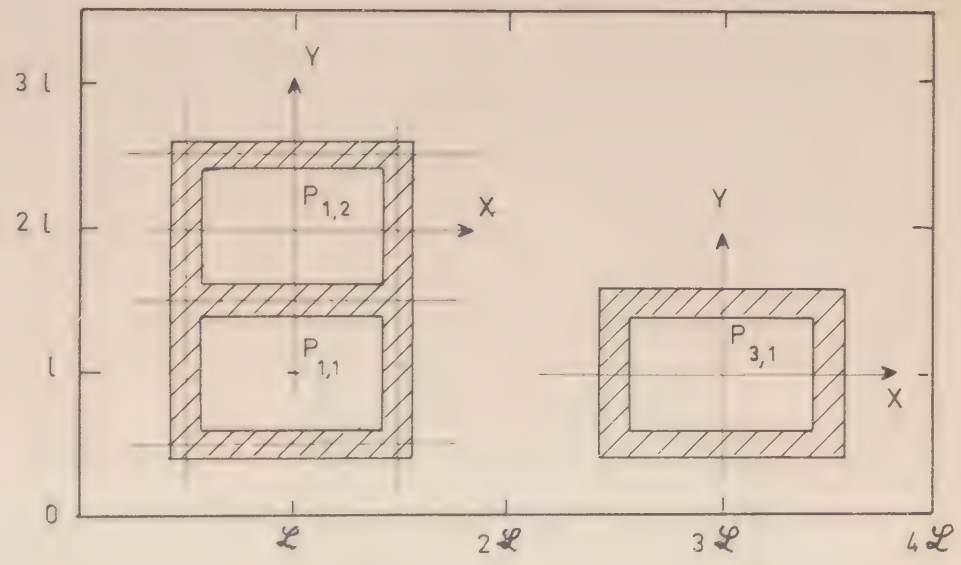


Fig: 24

CALCUL DE LA LONGUEUR MOYENNE D'UNE CORDE D'UN CONTOUR FERME C

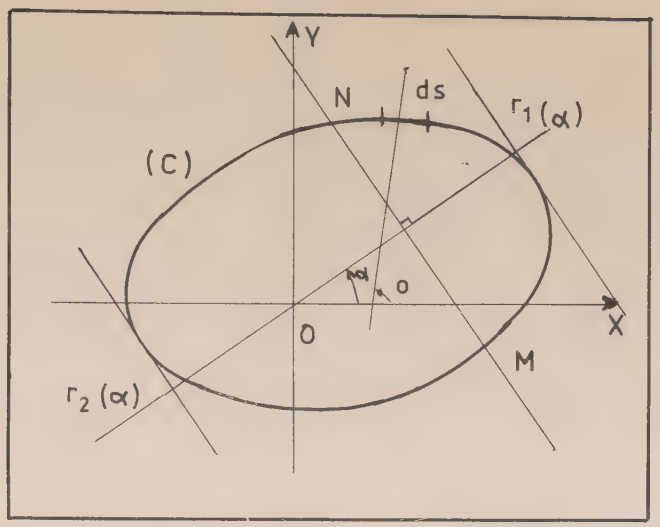
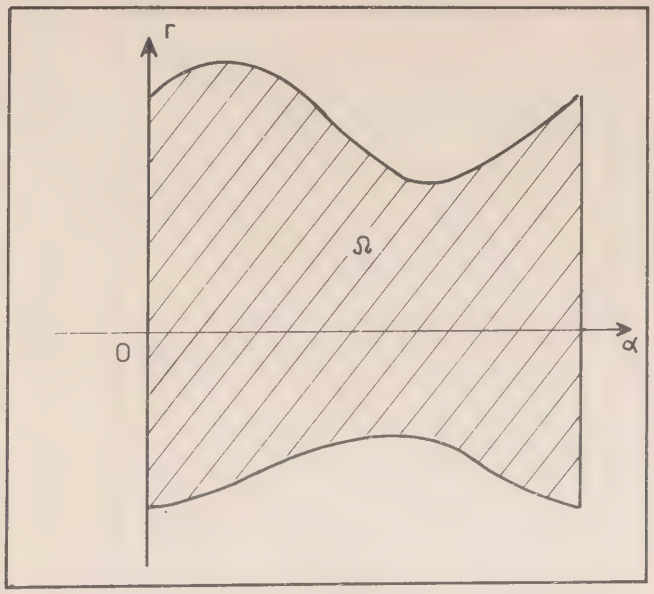


Fig: 24 a Contour C



Fig; 24 b Surface associée Ω

Fig: 25

REPARTITION DU MOTIF DE BASE SUIVANT UN SCHEMA BOOLEEN

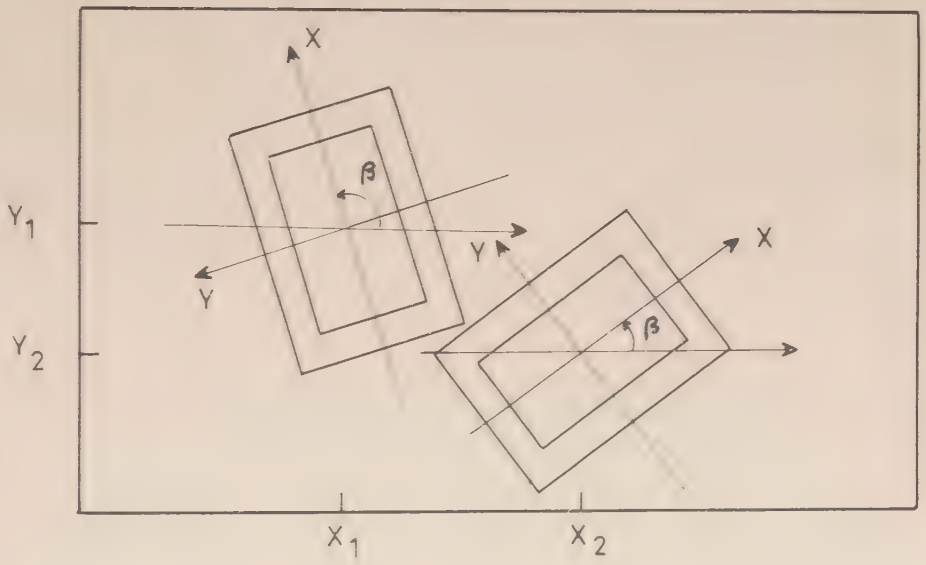


Fig: 26

COVARIOGRAMME DE LA Fig: 19 a

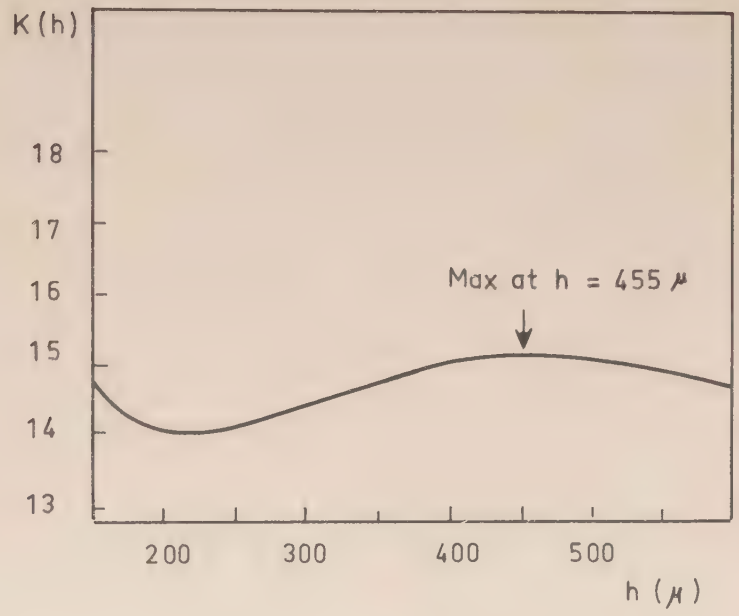


Fig: 27

RELATION ENTRE λ / l ET $\mathcal{L} / l$

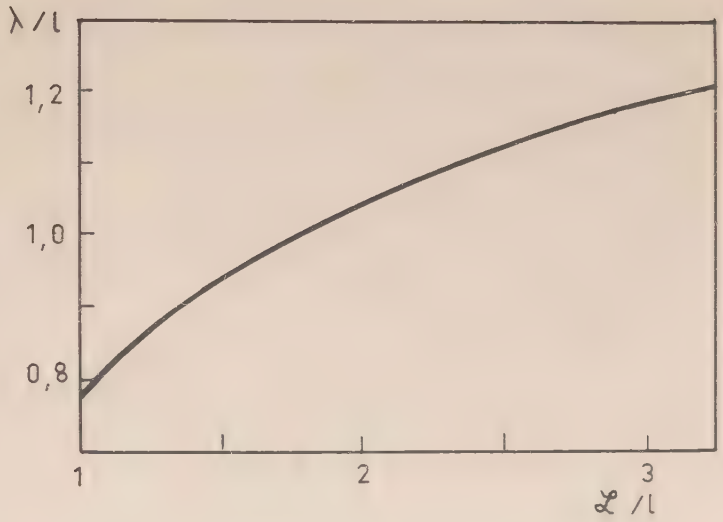


Fig: 28

COURBE D'ANALYSE THERMIQUE

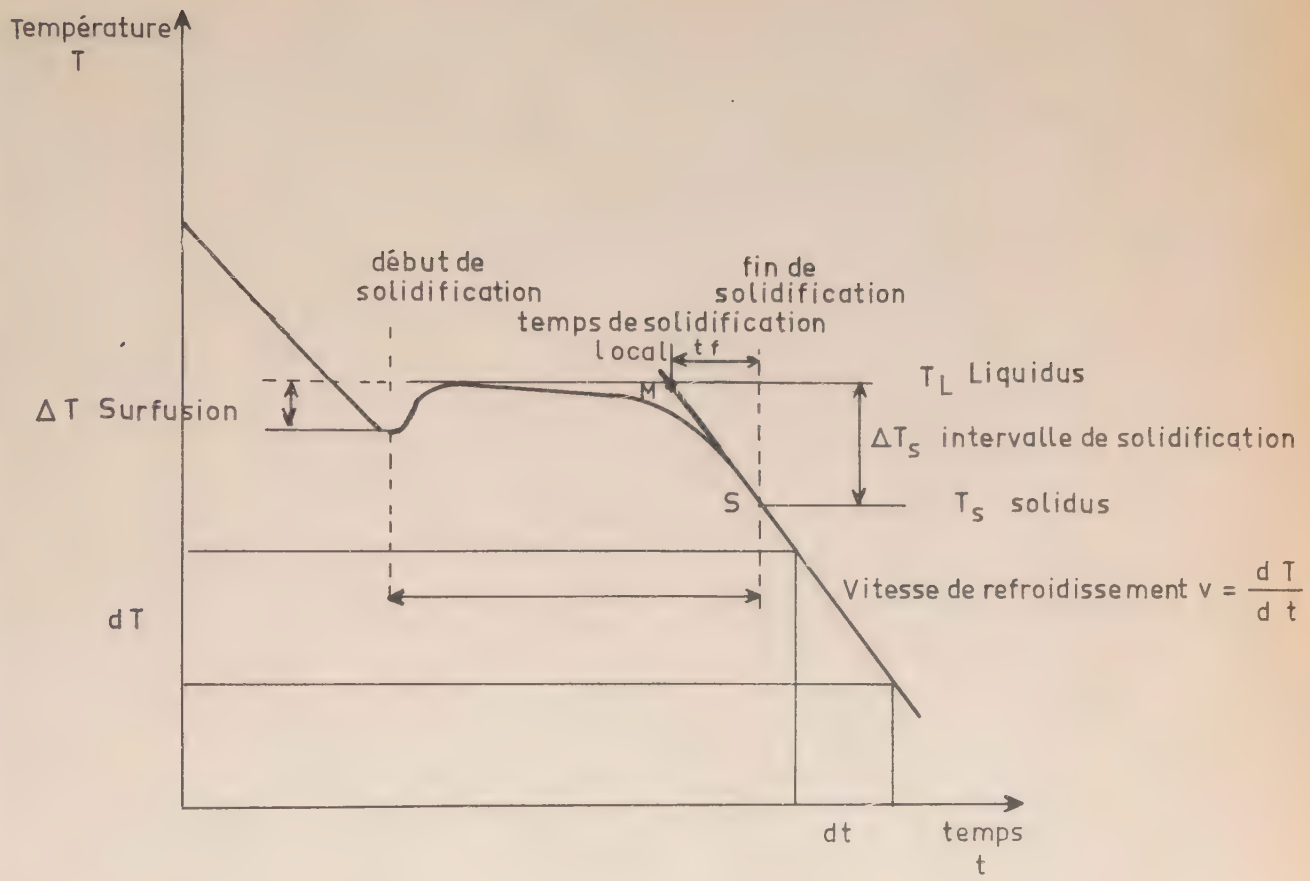
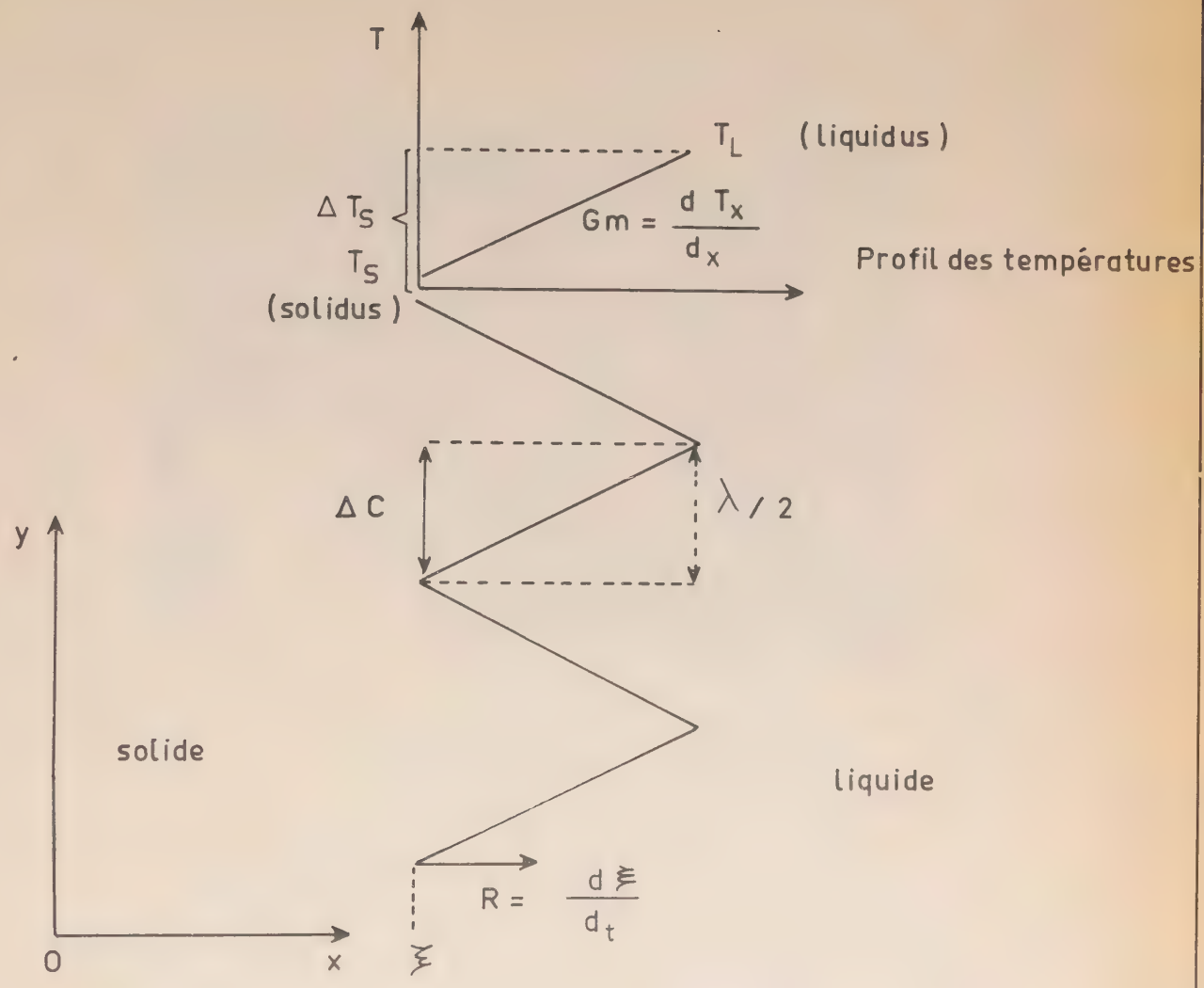


Fig: 29

PROFIL DU FRONT DE SOLIDIFICATION D'APRES FLEMINGS (36)



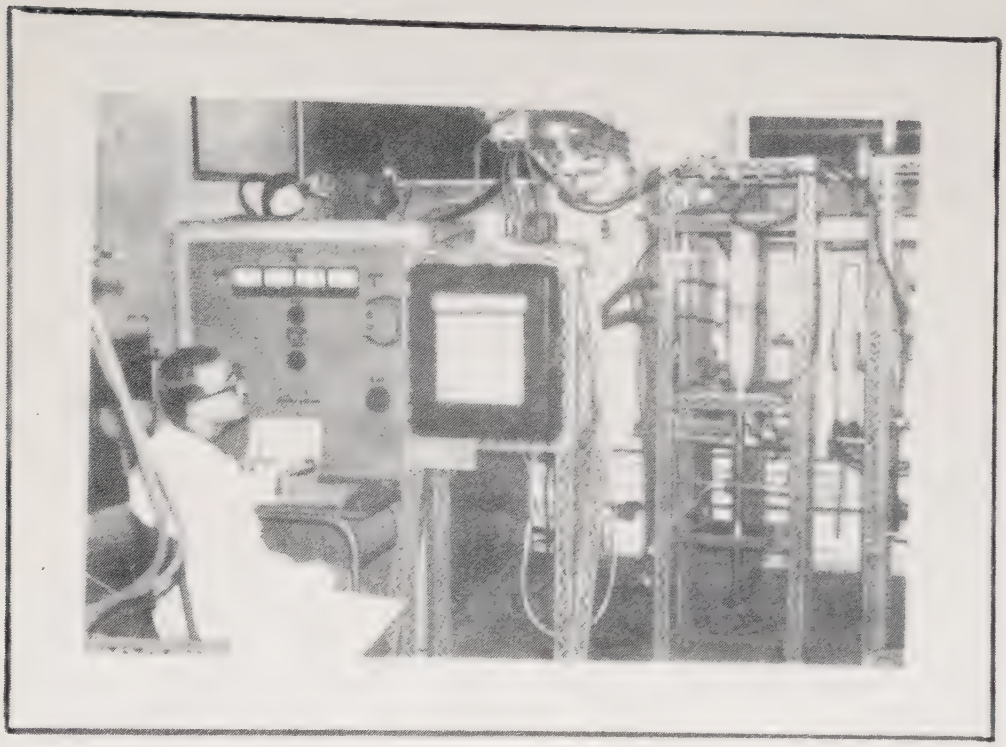


Figure [illegible]

Photographic [illegible] [illegible]
[illegible] solidification [illegible].

Fig: 31

FOUR DE SOLIDIFICATION UNIDIRECTIONNELLE

1. Chapeau en cuivre refroidi par eau
2. Gaine en silice
3. Feuille de molybdène
4. Support en réfractaire de l'induit
5. Creuset en alumine frittée
6. Tube de refroidissement
7. Solide
8. Liquide
9. Trois thermocouples (Pt Pt Rhodié 10%) gainés par alumine frittée
10. Inducteur HF

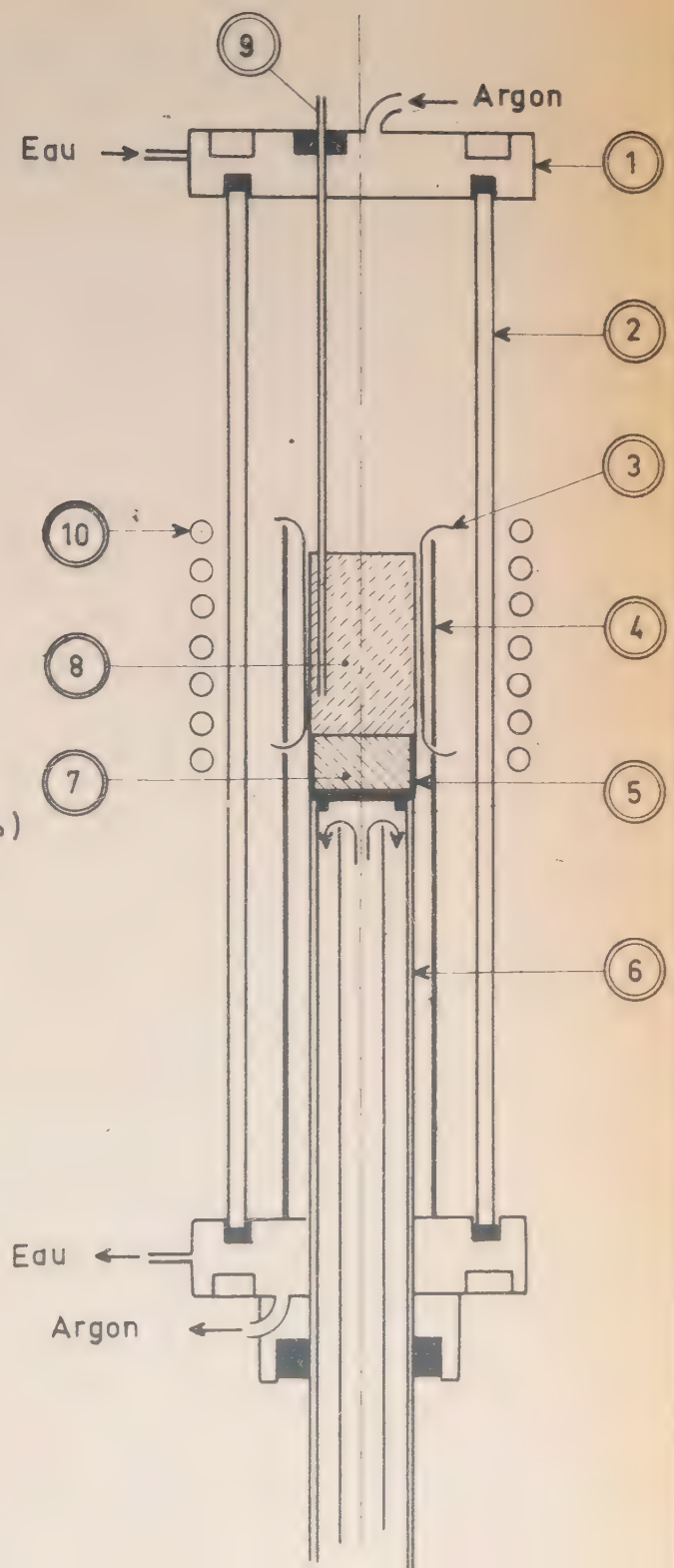


Fig: 32

COURBE D'ENREGISTREMENT DE TEMPERATURE
SOLIDIFICATION UNIDIRECTIONNELLE A 94 cm/h

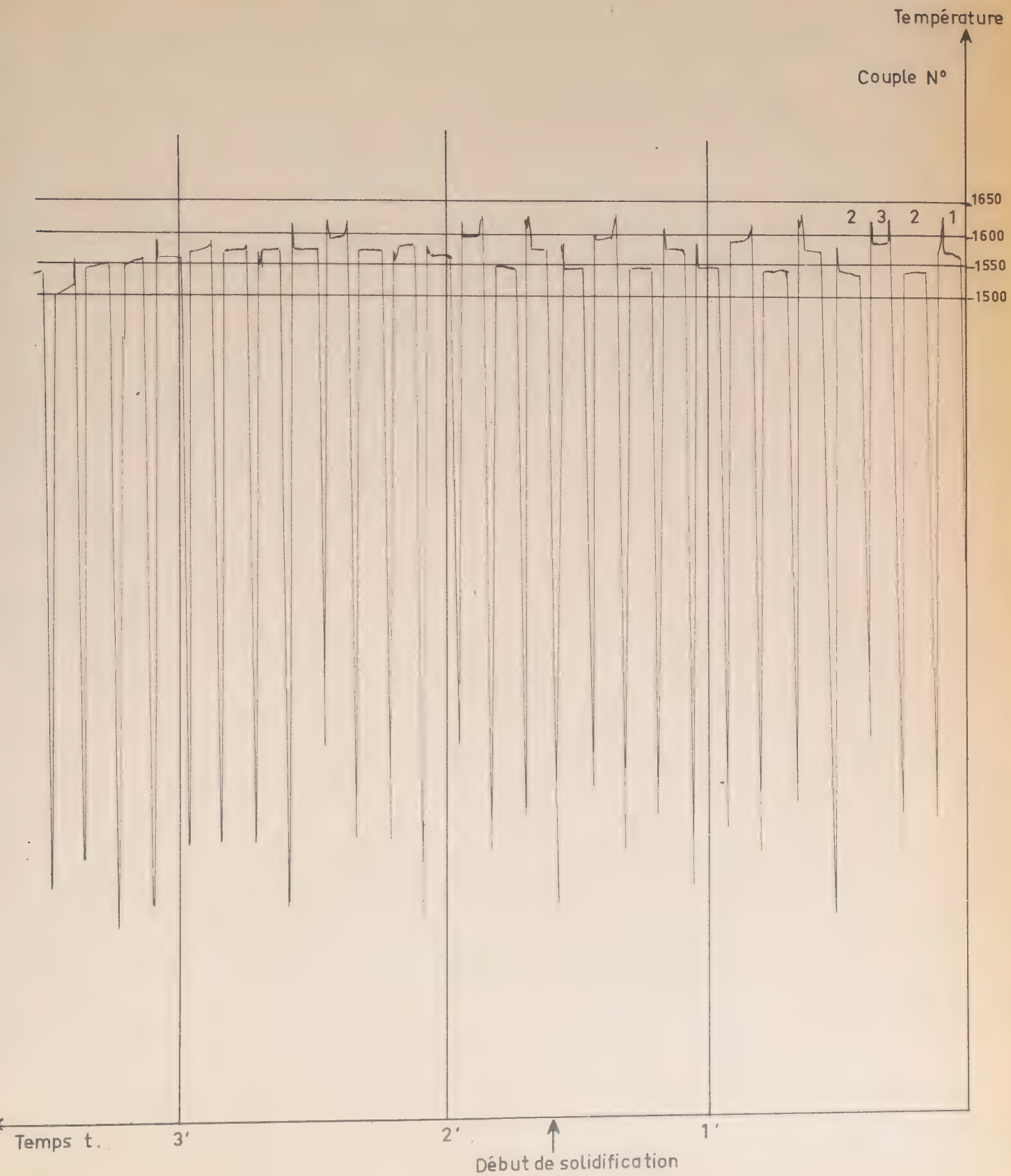
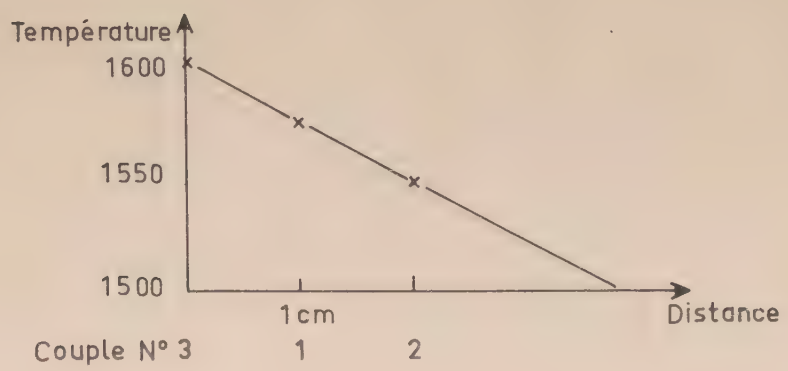
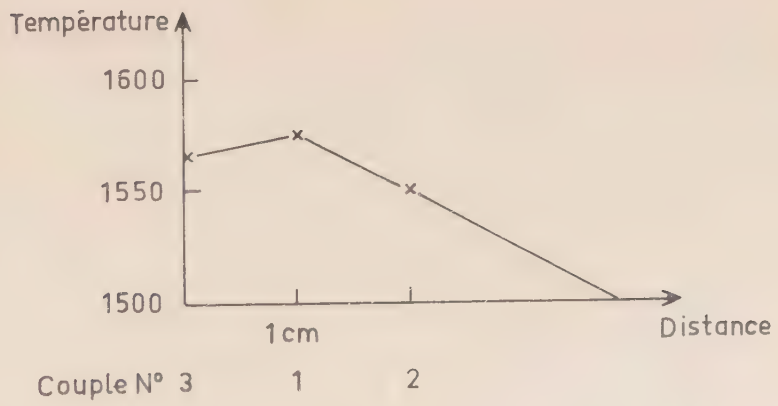


Fig: 33

GRADIENTS DE TEMPERATURE ET POSITION DU FRONT A DIFFERENTS INSTANTS _ VITESSE DE SOLIDIFICATION = 94 cm/h



a) Avant la solidification



b) Pendant la solidification (après 1' 30")

Fig: 34

Fig: 34 a : λ ET l EN FONCTION DE $R^{-1/2}$

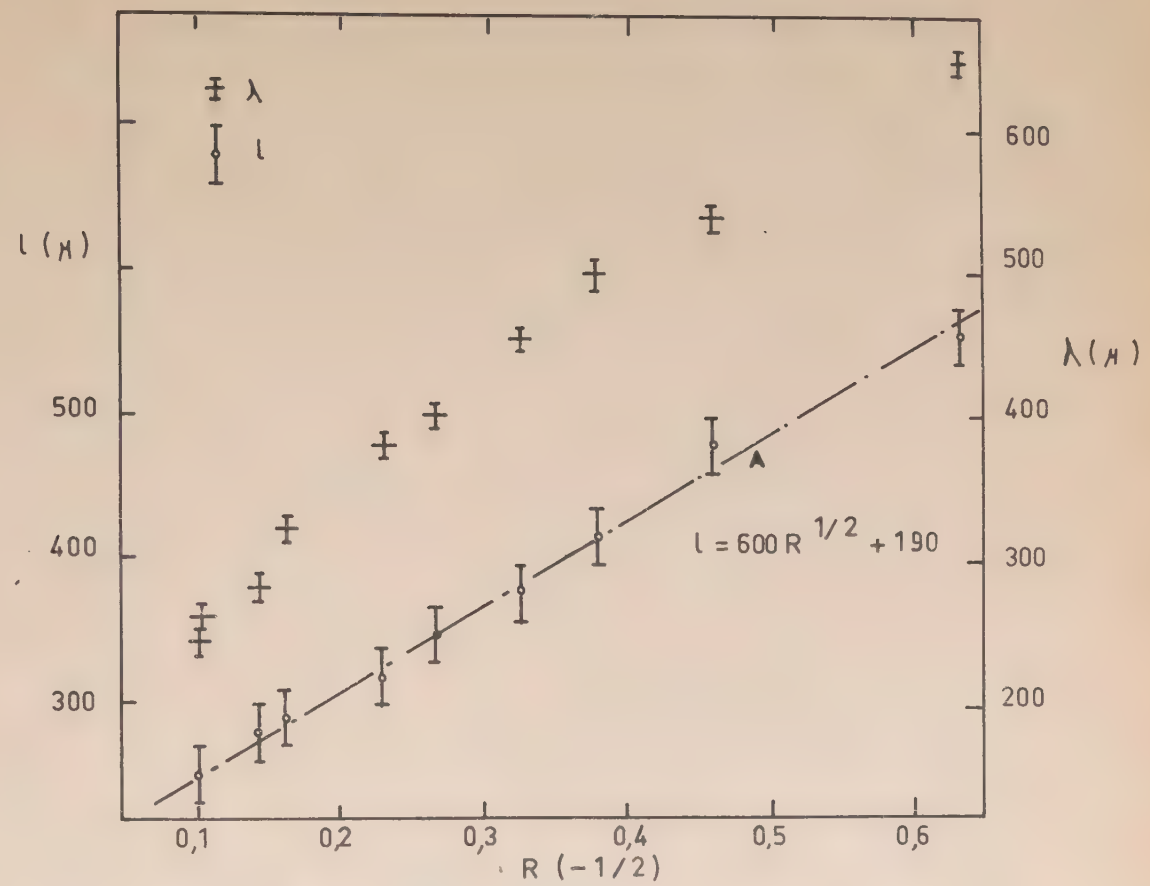


Fig: 34 b : log λ ET log l EN FONCTION DE log R

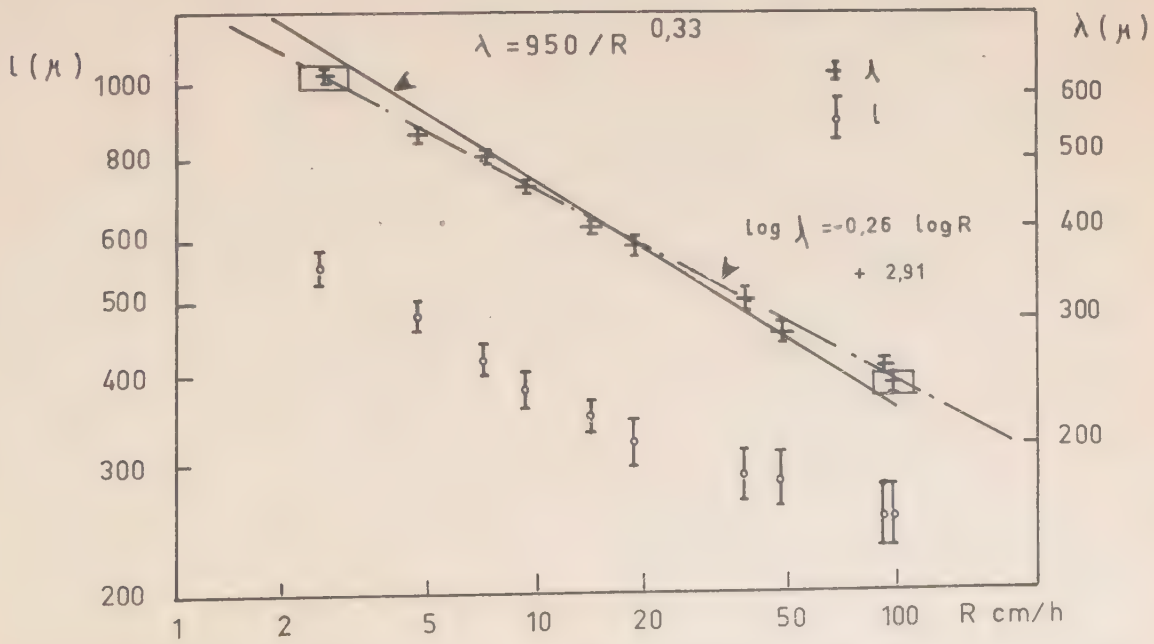


Fig: 35

PROFIL DU FRONT SINUSOÏDAL

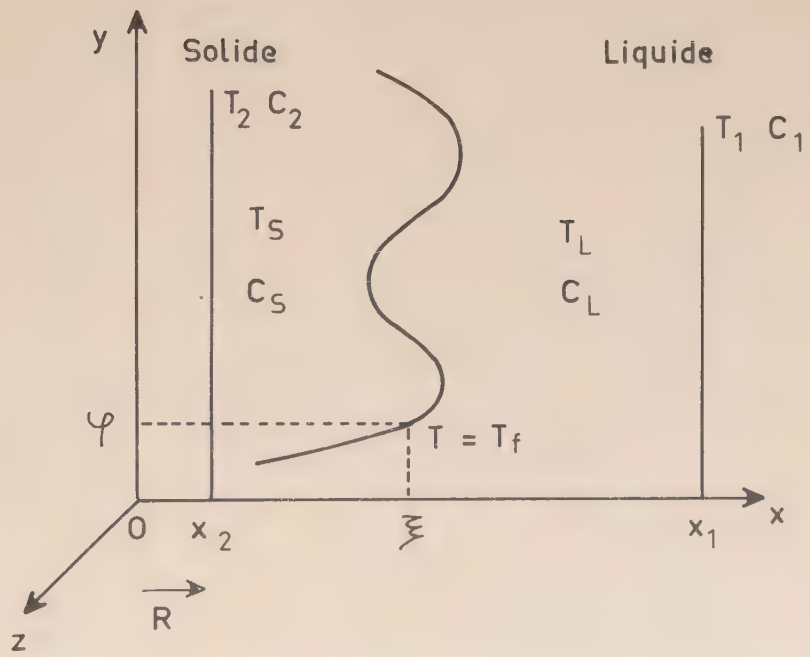
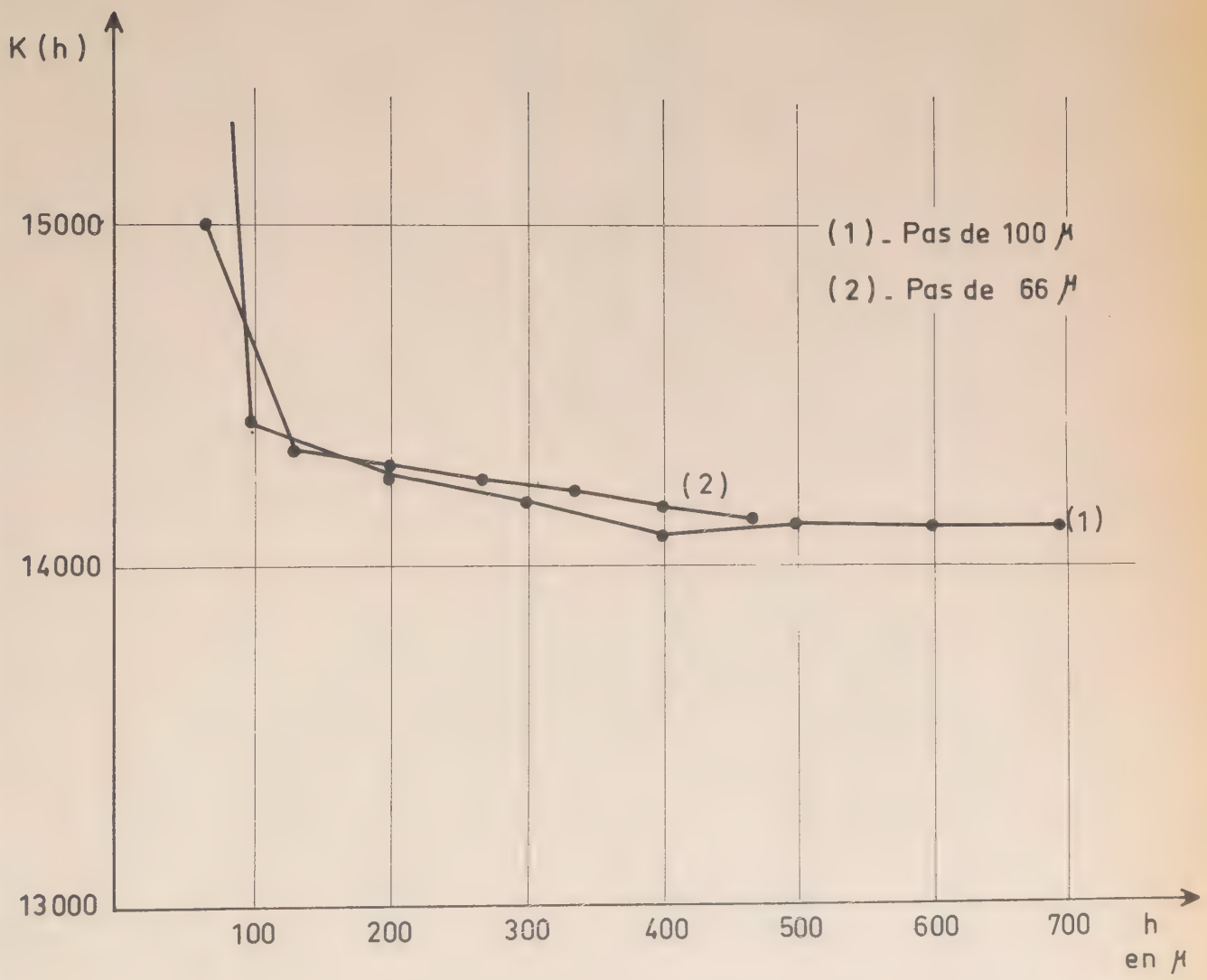


Fig: 36

COVARIOGRAMME D'UNE STRUCTURE DENDRITIQUE RAMIFIEE - BILLETTE N°2 - DISTANCE A LA PEAU = 3,75 cm



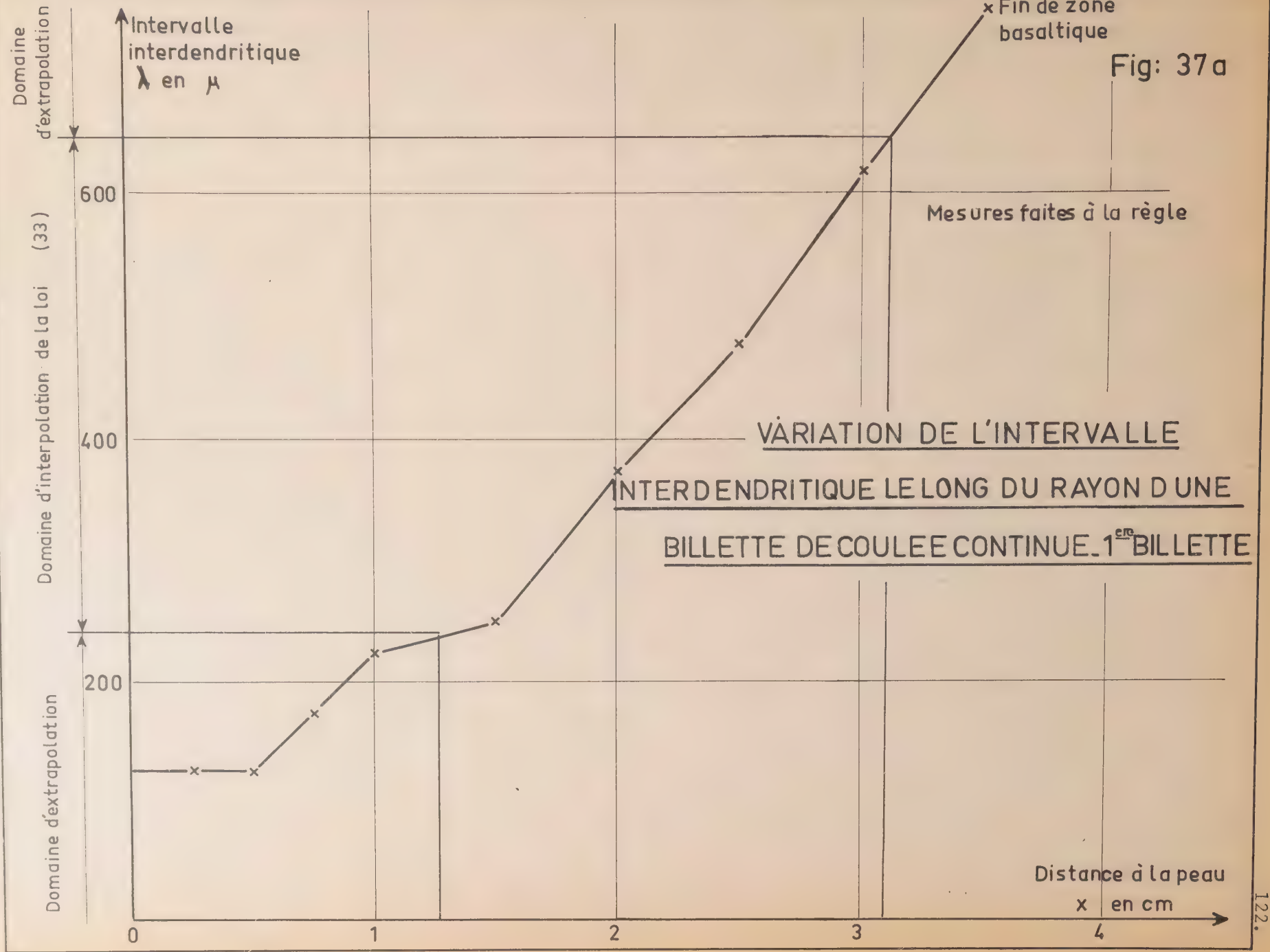
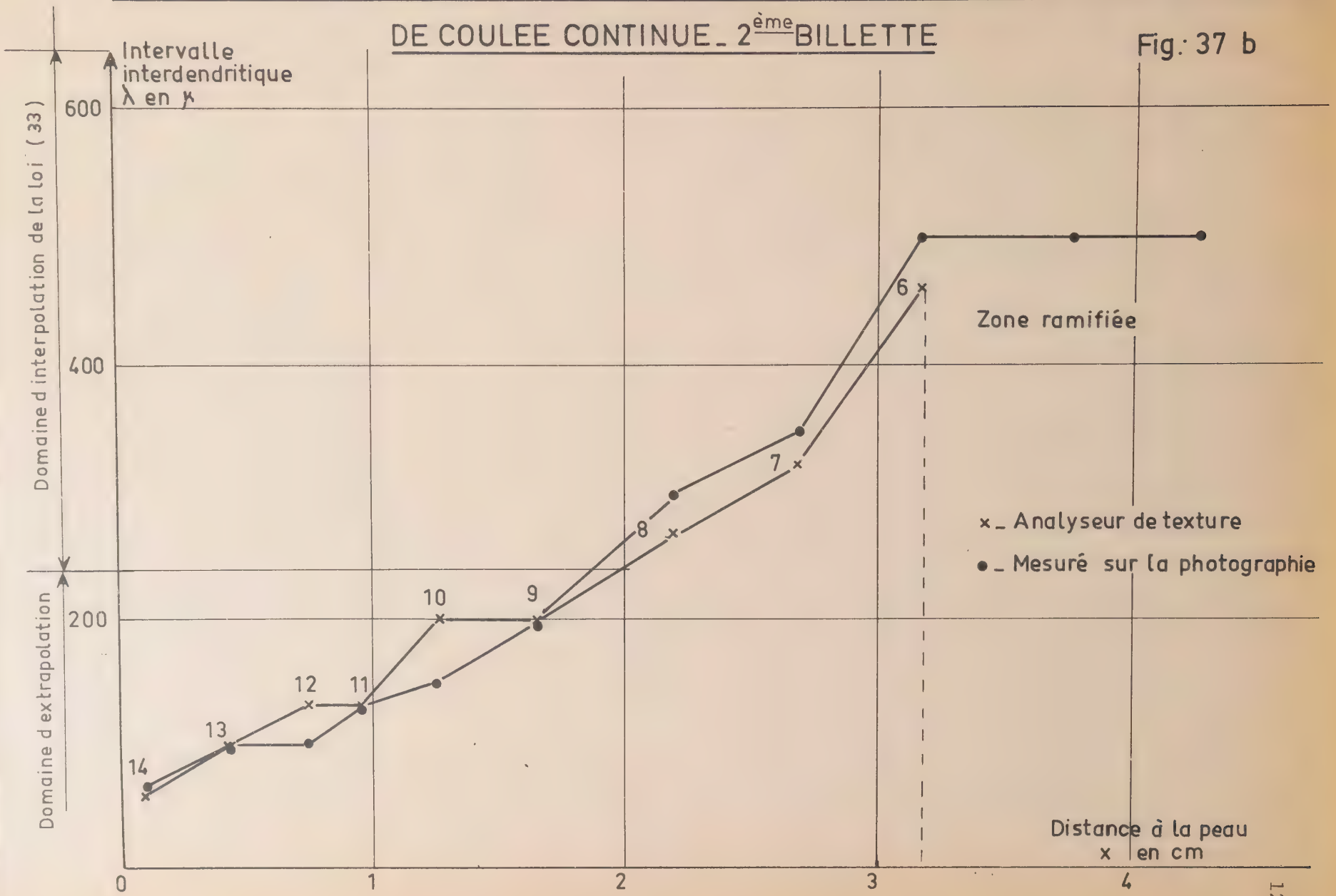


Fig: 37a
VARIATION DE L'INTERVALLE
INTERDENDRITIQUE LE LONG DU RAYON D UNE
BILLETTE DE COULEE CONTINUE. 1ère BILLETTE
Intervalle interdendritique λ en μ
Domaine d'extrapolation
Domaine d'interpolation de la loi (33)
Domaine d'extrapolation
600
400
200
Fin de zone basaltique
Mesures faites à la règle
Distance à la peau x en cm
0
1
2
3
4

VARIATION DE L'INTERVALLE INTERDENDRITIQUE LE LONG DU RAYON D'UNE BILLETTE DE COULEE CONTINUE _ 2ème BILLETTE

Fig.: 37 b



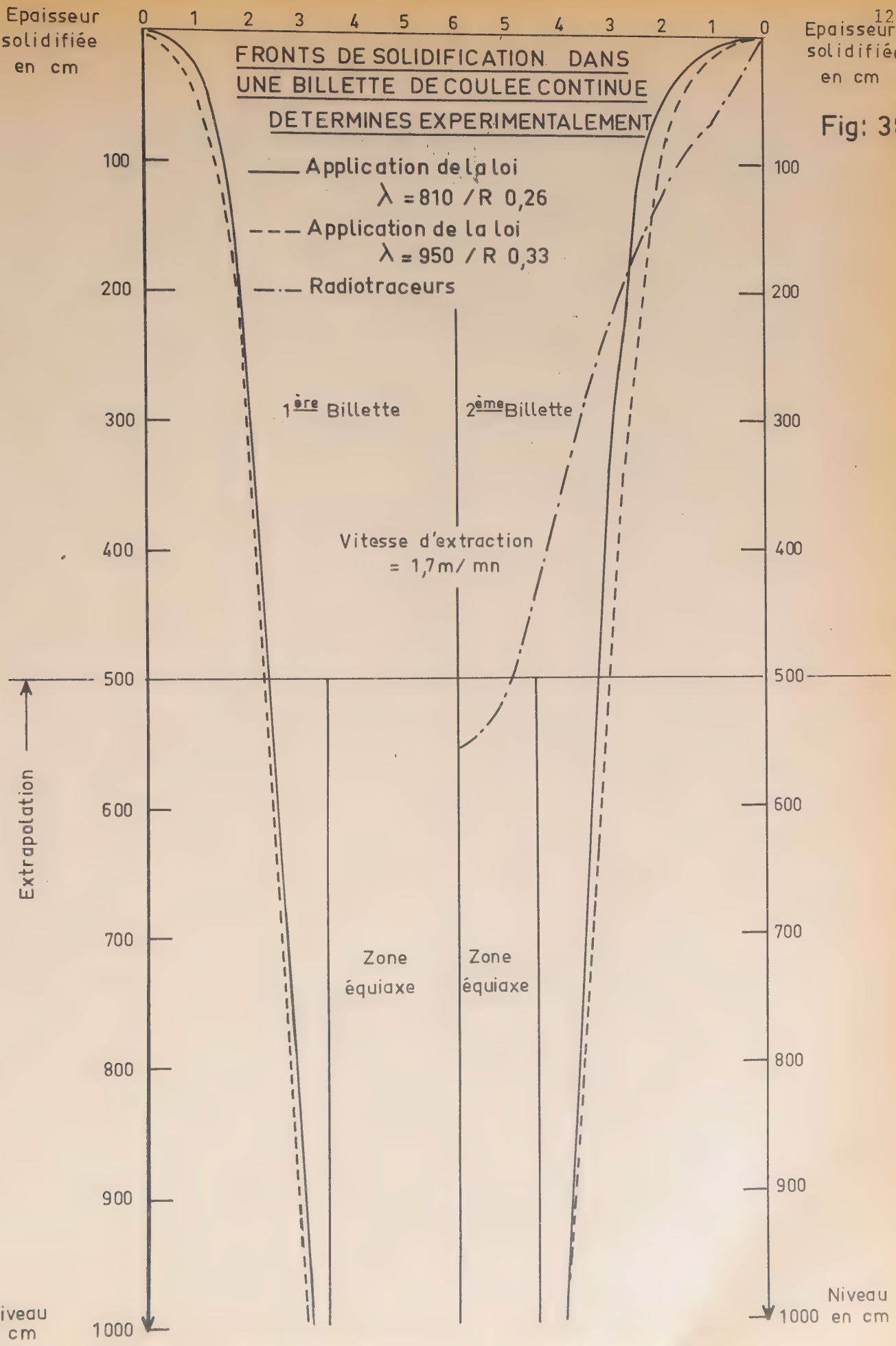

FRONTS DE SOLIDIFICATION DANS
UNE BILLETTE DE COULEE CONTINUE
DETERMINES EXPERIMENTALEMENT
Epaisseur solidifiée en cm
0 1 2 3 4 5 6 5 4 3 2 1 0
Epaisseur solidifiée en cm
Fig: 38
Application de la loi
λ = 810 / R 0,26
Application de la loi
λ = 950 / R 0,33
Radiotraceurs
1ère Billette
2ème Billette
Vitesse d'extraction
= 1,7 m/ mn
100
200
300
400
500
600
700
800
900
1000
Extrapolation
Zone équiaxe
Zone équiaxe
Niveau en cm
Niveau en cm

Fig: 39

ELEMENT DE VOLUME QUI SUIT LE DEPLACEMENT DE LA BILLETTE

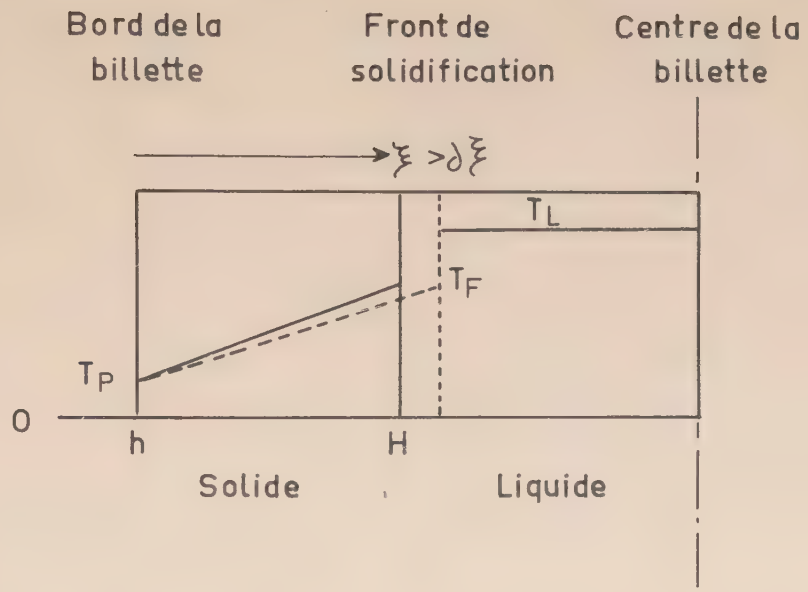


Fig: 40

ELEMENT DE VOLUME FIXE PAR RAPPORT A LA MACHINE

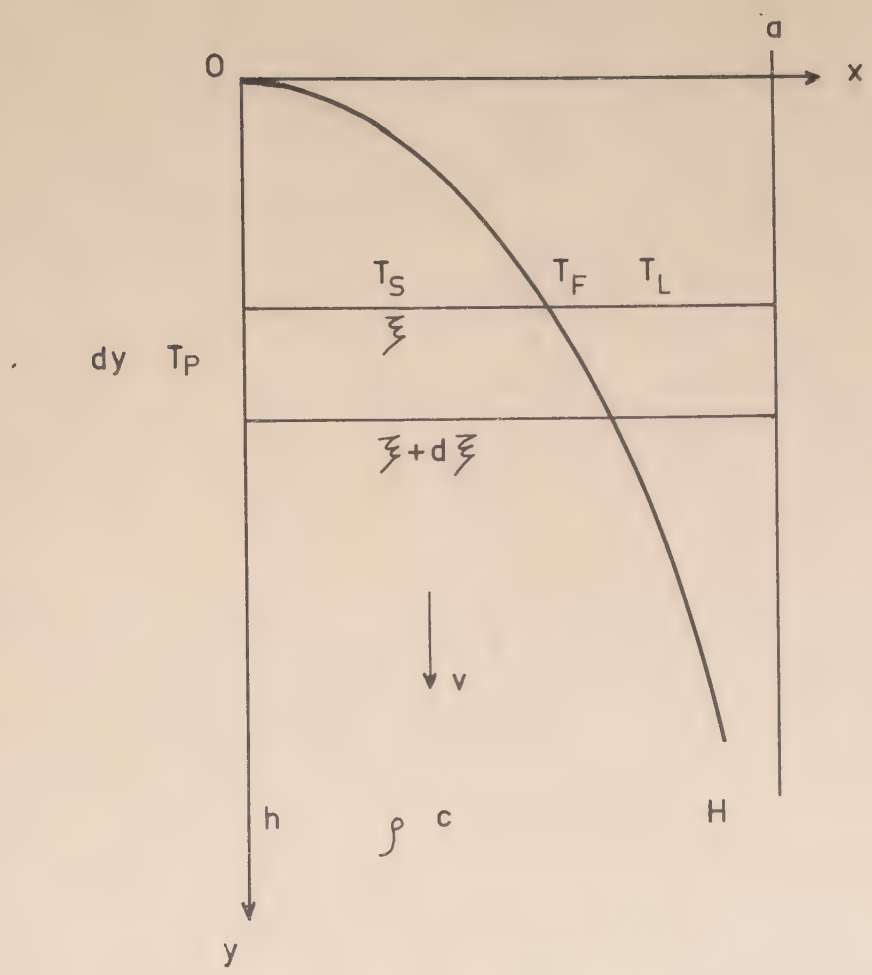
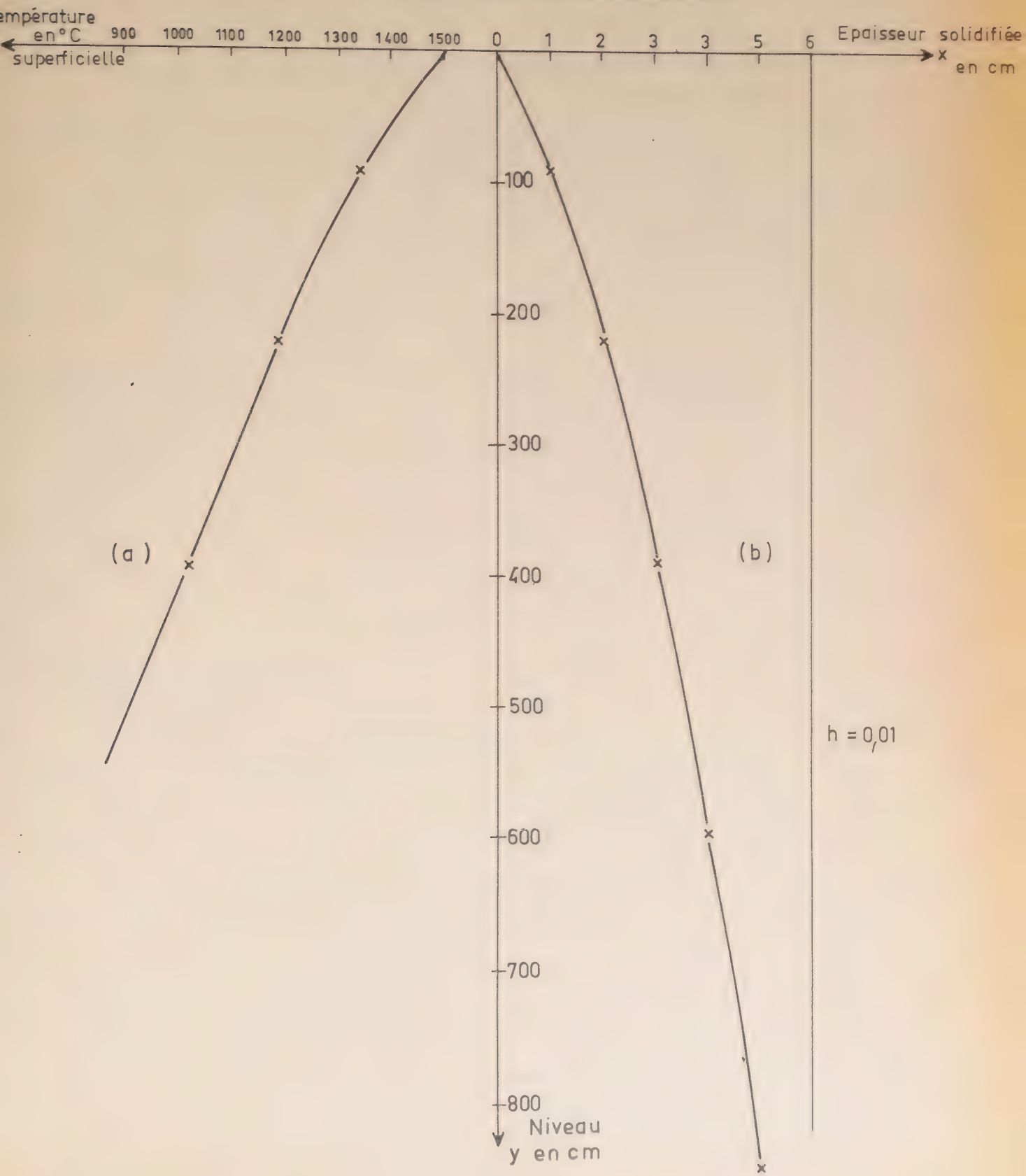
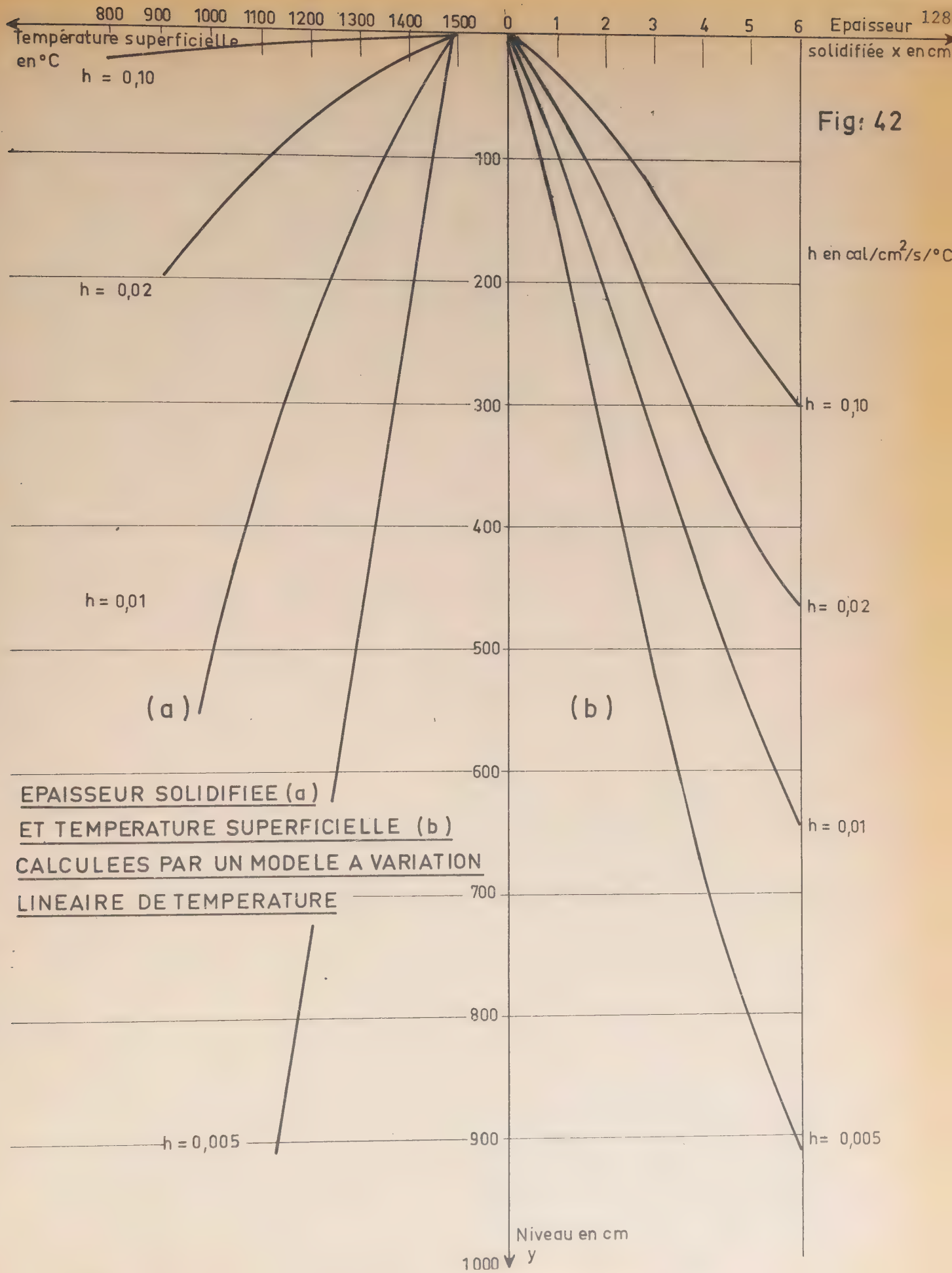


Fig: 41

EPAISSEUR SOLIDIFIEE (a) ET TEMPERATURE SUPERFICIELLE (b) CALCULEES PAR UN MODELE A FLUX CONSERVE

h = 0,010 cal/cm /s /°C





EPAISSEUR SOLIDIFIEE (a)
ET TEMPERATURE SUPERFICIELLE (b)
CALCULEES PAR UN MODELE A VARIATION
LINEAIRE DE TEMPERATURE

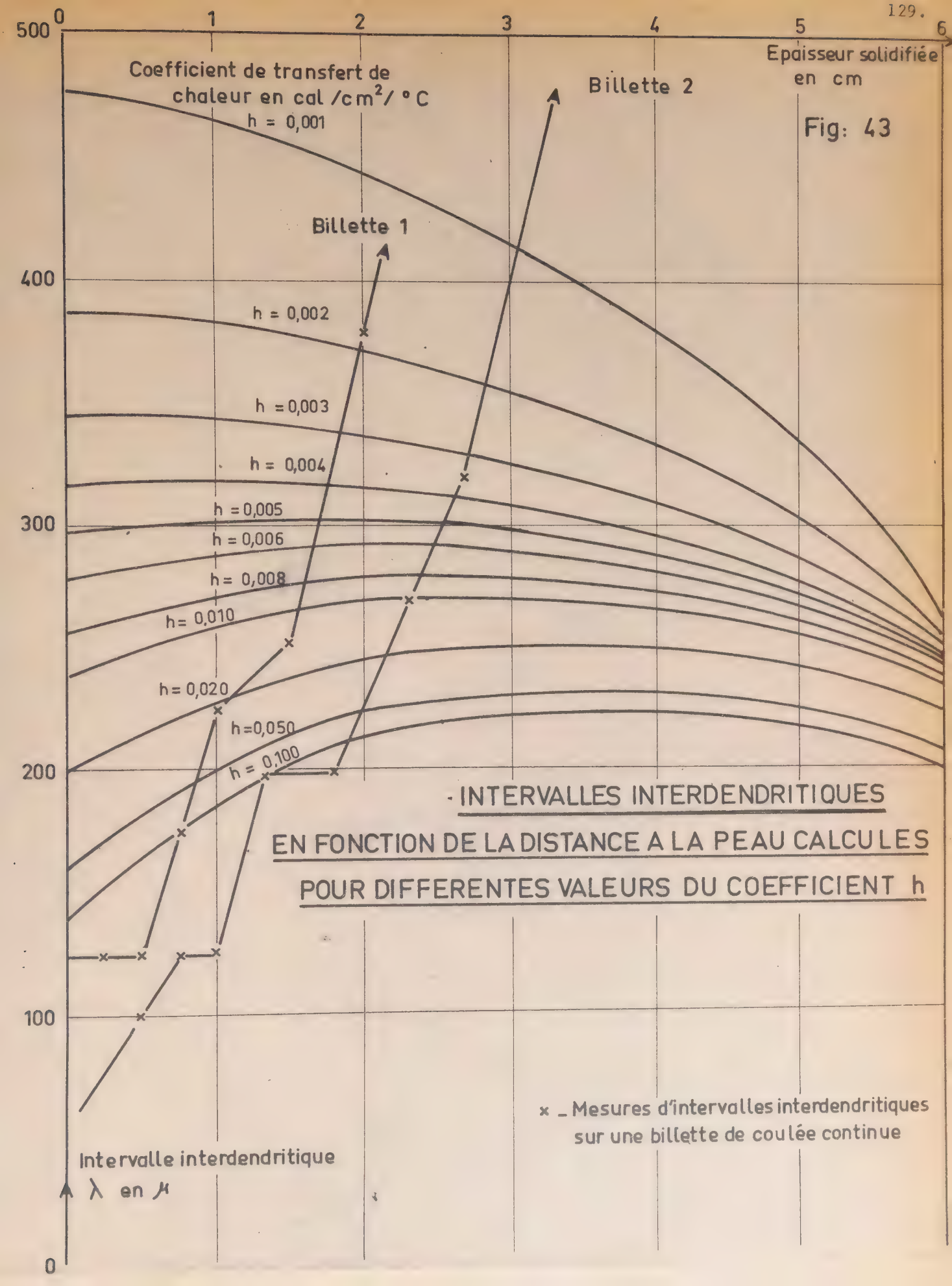


Fig: 43

INTERVALLES INTERDENDRITIQUES EN FONCTION DE LA DISTANCE A LA PEAU CALCULES POUR DIFFERENTES VALEURS DU COEFFICIENT h

Robert ALBERNY

Spécialité Métallurgie

Vu, Approuvé et permis d'imprimer

Nancy, le 11 Février 1969

M. le Doyen J. AUBRY